

Zusätzlich ist für 1943 ein Einsatz von 55 000 tato Anker vorgesehen.

Zur Zeit werden also 85 - 89 % des Elektrodenkokes in Westfalen (Ruhr- und Aachener Gebiet) erzeugt.

Für die Erzeugung von Elektrodenkoks in Oberschlesien sind folgende Möglichkeiten in Betracht zu ziehen:

- 1.) Elektrodenkokerzeugung aus obereschles. Hochtemperaturpech
- 2.) Elektrodenkokerzeugung aus obereschles. Schmelpech
- 3.) Elektrodenkokerzeugung aus entsafteten obereschles. Kohlen
- 4.) Elektrodenkokerzeugung aus Hydrier- bzw. Extraktionsprodukten.

Zu 1.) Elektrodenkoks aus obereschlesischem Hochtemperaturpech.

Die in Oberschlesien vorhandene Hochtemperatur-Pech-Menge ist nicht groß (geschätzt 70 000 tato<sup>1)</sup>). Wieviel von dieser Menge zur Zeit in die Brikettierung geht, ist uns nicht bekannt. Unter der Voraussetzung, daß das Pech qualitätsmäßig (Aschegehalt usw.) entspricht und durch ein anderes Brikettiermittel (z.B. Anko) ersetzt und freigesetzt würde, könnten daraus ca. 45 000 tato Pechkoks erzeugt werden. Dazu müßten in Oberschlesien Pechverkokungsanlagen vorhanden sein.

Zu 2.) Elektrodenkoks aus Schmelpech.

In den Reichswerken sollen 1943 50 - 100 000 tato Schmelpech anfallen. Für später sind ca. 260 000 tato Schmelpech in Oberschlesien vorgesehen. In welchem Maße Schmelpech für direkte Elektrodenkokerzeugung bzw. zur Freisetzung von Hochtemperatur-Pech für diesen Zweck zur Verfügung stehen würde, ist nicht bekannt. Geplant war Ersatz von Hochtemperaturbrikettierpech von der Ruhr durch Schmelpech aus Oberschlesien zwecks zusätzlicher Erzeugung von Hydrierheizöl aus Hochtemperatur-Pech.

Über die Erzeugung von Elektrodenkoks aus Schmelpechen liegen Druckschmelversuche<sup>2)</sup> vor. Zur Erreichung eines genügend geringen Aschegehaltes war Vorfiltration des Teeres notwendig. Ein Spülgasteur O.S., der 35 % Mittelöl enthält, gab 30 % Elektrodenkoks, d.h. aus mittelölfreiem Schmelpech werden ca. 47 % Koks erhalten. Über die Erzeugung von Mischkoks aus entsafteter Kohle und Schmelpechen liegen bei uns keine Versuche vor.

Zu 3.) Elektrodenkoks aus entsafteten Kohlen.

In der Besprechung über Bindemittel am 2. II. 1943 in Ludwigshafen erwähnte Dr. Geisler (Höchst), daß Versuche mit Andreas-Kohle (O.S.) in Höchst im Gange seien.

1) Für Blechhammer sollten ursprünglich 40 - 50 000 tato bereitgestellt werden

2) Dr. Pfirmann; Kosterrechnung Dr. v. Hochstetter 2. XI. 1942

Zu 4) Elektrodenkokerzeugung aus Hydrier- bzw. Extraktions-  
produkten von Oberschlesischer Steinkohle.

In dieser Hinsicht sind grundsätzlich zwei Wege möglich:

- A) Erzeugung von Elektrodenkoks aus Hydrierprodukten. Dies erfordert ein Verfahren, das filtrierfähige Produkte liefert, wie extrahierende Hydrierung oder Extraktion. Der Einsatz der Extraktion nach Pott-Brocce in Oberschlesien erfordert eine Neu-  
anlage. Da nach den bisherigen Erfahrungen bei diesem Verfahren der Bedarf an Antriebsleistung im Kreislauf kaum gedeckt wird, müßte einer solchen Anlage vor anderen laufend Mittelöl (möglichst aus einer Pechhydrierung) zugeführt werden.

Der Einsatz der extrahierenden Hydrierung (700 atm) erfordert ebenfalls Neuanlagen. Nach den Erfahrungen des Großversuches könnten normale Saugkammer eingesetzt werden. Der Anschluß an eine vorhandene Hydrierung (Blechhammer) würde eine gesonderte Anrsibung (Mittelöl) und gesonderte Rückstands-  
aufarbeitung (Topping) erfordern. Bezüglich des Regenerationsweges (Kaltabscheider) besteht bei diesem Verfahren noch eine Unklarheit.

In einer 4-fach Kammer (36 m<sup>3</sup> Reaktionsraum) können bei 700 atm aus ober-schlesischer Kohle (280 000 tate Kohle) erzeugt werden:

77 600	tate	Elektrodenkoks
16 400	"	Autobenzin
25 000	"	Mittelöl
42 000	"	Heizöl

Bei Wegfall des Bedarfs an Elektrodenkoks könnte bei ausreichender Wasserstoffkapazität die Kammer für die Herstellung von Benzin und Heizöl eingesetzt werden. Für eine Anlage nach Pott-Brocce trifft die Umstellungsfähigkeit nicht zu.

- B) Freimachung von Hochtemperatur-Brikettierpech durch Erzeugung von aschehaltigem Brikettiermittel in einer Hydrierung. Ohne Erstellung einer Neuanlage würden sich in Blechhammer bzw. in Pölitz beschränkte Mengen von aschehaltigem Brikettiermittel ohne Beeinträchtigung der Benzin- bzw. Heizölproduktion erzeugen lassen. Durch dieses Brikettiermittel könnte vorhandenes Hochtemperatur-Pech für die Pechkokerzeugung freigemacht werden. Bei einer im Rahmen der vorhandenen Reserve möglichen kleinen Durchsatzserhöhung von 4 % in Blechhammer, bzw. 5 % in Pölitz könnten zusätzlich zur normalen Produktion 36 000 tate bzw. 30 000 tate Brikettiermittel, insgesamt 66 000 tate Brikettiermittel erzeugt werden. Damit würden ca 50 000 tate Hochtemperatur-Pech für Pechkokerzeugung freigemacht. Das Brikettiermittel würde aus einem Gemisch von getropftem

1) statt 6,5 % Pech werden 8,5 % Brikettiermittel verbraucht.



Abschlaum und getopptem Schleuderrückstand bestehen. Die Toppung könnte in vorhandenen Schmelöfen erfolgen, neu zu erstellen wären lediglich Granulieranlagen. Aus 50 000 t Hohtemperatur-Pech werden ca 33 000 t Elektrodenkoks erhalten.

Größere Mengen an aschehaltigem Brikettiermittel bzw anhydrierter Kohle könnten ohne Neuanlagen nur auf Kosten der laufenden Produktion erzeugt werden.

Kostenschätzungen.

Zu 2) Elektrodenkoks aus Schmelteer über Druckverkokung

Bei einem Einstandspreis von 105 M je Tonne leichtölfreiem, bzw. 114 M je Tonne leichtölnhaltigem Lurgi-Spülgasteer kostet die Tonne Elektrodenkoks 120 M.

Zu 4) A) Elektrodenkoks über extrahierende Hydrierung 100 atm

Bei einem Kohlepreis<sup>1)</sup> von 22 Mark kostet die Tonne Elektrodenkoks 120 M.

B) Aschehaltiges Bindemittel zusätzlich hergestellt in einer Hydrierung kostet ca 42 M pro Tonne.

Anhydrierte Kohle<sup>2)</sup> über extrahierende Hydrierung kostet 71 M pro Tonne.

Bei Herstellung von aschehaltiger anhydrierter Kohle durch gleichzeitige Verarbeitung von Kohle und Schmelteer kostet die anhydrierte Kohle etwa 40 M/Tonne.

gez. Rank  
gez. v. Hochstetter  
gez. Simon

1) Kohle mit 5 % Asche und 7 % H<sub>2</sub>O; entspr. etwa 19.- M je Tonne Kohle mit 10 % Asche und 7 % H<sub>2</sub>O.

2) Aschehaltig. Verbrauch für Brikettierung 6,5 % (wie Pech)

1. Portugalski 712 101011 1001.  
according to the ...

25. Mai 1943 Pf/Lb

Elektrodenkoks für Gleichrichter.

Die Firma B. B. O. Mannheim hatte über Herrn Dr. v. Hartmann angeregt, einen besonders aschenarmen Koks für Gleichrichteranoden herzustellen. Herr Dr. v. Hartmann schlug damals vor Bitumenkoks mit Salzsäure zu entsäuen.

Eine Überschlagsrechnung zeigte aber, dass es fast unmöglich ist, die Asche z. B. auf 0,01 % zu senken, da beim Vermaalen, beim Mischen mit Bitumen neue Asche aufgenommen wurde. Ich habe deshalb durch besonders sorgfältige Filtration und Verkokung einen Spezialkoks hergestellt mit weniger als 0,1 % Asche - im Mittel 0,07 % - und diesen an die Firma Schunk und Ebe Giessen versandt und zwar am 7.10.42 51 kg, am 29.12.42 nochmals 145 kg Koks, ausserdem noch 137 kg Bitumen.

Herr Dr. Stockmeyer hat jetzt beiliegenden kurzen Bericht über die Verarbeitung der ersten Lieferung zugesandt, aus dem hervorgeht, dass der Koks nach anfänglichen Misserfolgen beim Grafitieren der gepressten Elektrodenformen nunmehr einwandfreie Resultate ergibt. Auf eine telefonische Rückfrage bei B. B. O. erhielt ich die Auskunft, dass das Material erstaunlich gut sei, da der Aschengehalt mit 0,05 % gegenüber den seither verwendeten Anoden vor der Vergütung um fast eine Sechsrpotenzialer liege, auch die Leitfähigkeit sei sehr gut. Wie Herr Dr. Stockmeyer telefonisch mitteilte, habe er früher schon mit Stanneskoks Versuche angestellt, aber immer rissige Presslinge erhalten. Worauf zurückzuführen ist, dass die mit dem Druckkoks jetzt hergestellten Anoden nahezu rissfrei sind, ist nicht angeführt, es wäre aber erwünscht, zu erfahren, ob dies auf besser Material zurückzuführen ist.

Auf die Anfrage nach Lieferung von 1000 kg Koks müssen wir erwidern, dass wir zwar noch einige 100 kg Koks hier liegen haben, die aber infolge der ungünstigen Lagerung nur z. T. den hohen Anforderungen an den Aschengehalt genügen dürften; es besteht die Möglichkeit, noch einige 100 kg Koks neu anzufertigen, wenn der Glühofen aufgestellt wird. Es muss aber darauf verwiesen werden, dass unsere Vorräte an aschefreiem Bitumen knapp zu werden beginnen.

gez. Pfirrmann

25. 1900. 11. 11. 1900. 11. 11. 1900.  
1900. 11. 11. 1900. 11. 11. 1900.  
1900. 11. 11. 1900. 11. 11. 1900.



Sprechungsbericht

Sprechung über Bindemittel am 2. 11. 1943

Anwesend:	Dr. Ritter	Aluminiumwerk Bitterfeld
	Dr. Jordi	
	Dr. Müller	1. Bitterfeld
	Dr. Richard	
	Dr. Geisler	1. Hochst
	Dr. Sielaf	1. Briescheln
	Dr. Sater	

von Hochdruckversuche: Dr. Pier, Dr. Bahr, Dr. Boente,  
Dr. Lonath, Dr. Gieg, Dr. v. Hochstetter, Fr. Dr. Spring,  
Dr. Gupfer, Dr. Lemme, Dr. Pfirrmann, Dr. Schiffmann,  
Dr. Simon, Dr. Rank.

Auf Wunsch von Dr. Pier gab Dr. Ritter imleitend in großen Zügen eine Übersicht über die Elektrodenkoks- und Bindemittelfrage für die Aluminiumindustrie. Neben Pechkoks und Petrolkoks werden gereinigte Steinkohle und Anthrazit in großem Ausmaß eingesetzt. Dieser Koks erreicht zwar nicht die Qualität des Pechkokes, ist aber nach Auffassung von Dr. Ritter durchaus genügend. Besonders wichtig ist zur Zeit die Bindemittelfrage. An das Bindemittel werden verschiedene Anforderungen gestellt, die Herr Dr. Jordi das Nähere ausführt.

Es wurden 2 Elektrodenarten hergestellt, die Blockelektrode und die Söderbergelektrode. Während die Blockelektrode vor dem Einsatz fertig gebrannt werden muß, formiert sich die Söderbergelektrode im Ofen selbst. Die Söderbergelektrode verlangt deshalb einen besser kalzinieren Trockenstoff.

Anforderungen an das Bindemittel:

- 1.) Es soll technisch gut verarbeitbar sein (Herstellung der Brots), das heißt, einen geeigneten nicht zu hoch liegenden Erweichungspunkt haben. Die Mischmaschinen arbeiten normal bei 100-1100, maximal jetzt bei 1500.
- 2.) Das Bindemittel muß ausreichende Duktilität haben. (Spanne zwischen Erweichungspunkt und Tropfpunkt).
- 3.) Die Polymerisationsgeschwindigkeit muß beschränkt sein (Einschlagen der Stromkoppel).
- 4.) Die Zusammensetzung muß einwandfrei sein. Die Beschaffenheit des Rohstoffes hat Einfluß. Anthracen und Phenole sind möglichst auszuschalten. Durch Auflösen des Bindemittels im Teer tritt Verschlechterung ein. Maßgebend ist Gehalt an Koksstaub und Asche, ebenso die Siedekurve.

5.) Das Bindemittel muß sich gut verkoken lassen (genügende Koks-Asche).

6.) Der entstehende Koks muß genügend graphitisiert sein (Bestimmung des Koksrückstandes, Bestimmung des Gefüges durch Anschliffe).

7.) Das Bindemittel muß genügende Backfähigkeit aufweisen. Die beste Prüfung darauf ist die Herstellung einer Probeelektrode, die ist aber ziemlich zeitraubend (2 Wochen Dauer). Schnellbestimmung durch Extraktion und Lösungsmittelaerlegung (Benzol, Benzol, Anilin,  $CS_2$ , neuerdings mit Benzol und gasförmigen Anthracen-ol).

Bieten guten Anhaltspunkt über die Eignung eines Bindemittels gibt der Huck'sche Körper. Dabei wird das Benzolunlösliche im Tiegel verkocht und der Kuchen zerschnitten. Die Webengröße wird benutzt, viele kleine haben sind gut, wenige große schlecht (blühendes Pech).

Das Ideal ist ein Bindemittel, das nicht verkockt, sondern polymerisiert und schließlich in Koks übergeht. Die Polymerisation kann künstlich beschleunigt bzw. hervorgerufen werden durch Zusatz von  $AlCl_3$  oder  $PCl_5$ . Die Versuche mit  $PCl_5$  erscheinen sehr aussichtsreich. In gleicher Richtung wirkt ein Zusatz von Stinnes-Extrakt, der mehr Harze in das Bindemittel einbringt. Es wird durch  $PCl_5$  oder Extraktzusatz bzw. Zusatz beider die Dichtigkeit, Festigkeit und Leitfähigkeit der Elektrode verbessert. Gleichzeitig hört die Entbindung von Feerdämpfen bei der Selbstformierung der Elektrode auf und die Abrießelung wird stark zurückgefrängt.

Bindemittel	Erweichungs- punkt	El. Widerstand	Festigkeit
70 % präparierter Teer 30 % Hartpech	450	100-120	150 kg
Mittelpech	70-800	90	200 kg
Mittelpech + Brocheextrakt (20% ?)	1000	80	200-240 kg

Die Verbesserung des Bindemittels bewirkt einen Rückgang des Elektrodenverbrauchs durch geringeren Destillationsverlust und durch Verminderung des Abflusses der Kokskörner.

Bei einem Jahresverbrauch von 100.000 t Söderbergmasse werden 25.000 t Bindemittel verbraucht, davon sind dann 20 %, d. h. 5000 Stinnes-Extrakt. Diese Menge reicht vorerst aus.

Stinnes hat in letzter Zeit einen Extrakt des Erweichungspunkt 500 geliefert, der sich aber nicht bewährt hat.

Mit Ludwigshafener Extrakt wurden bis jetzt nur Verweilzeiten unternommen, welche schlechte Resultate zeigten. Es werden jedoch noch eingehende Versuche angestellt werden.

Dr. Stadler spricht über seine Erfahrungen bei der Blockelektrode, die im allgemeinen ähnliche Ansprüche an die Masse haben, wie das Bindemittel stellt. Da die Blockelektrode bei höherer Temperatur gebrannt wird als die Söderberg-Elektrode, ist die Graphitierung des Bindemittels als eine bessere zu werden, also hinsichtlich der Verackung- und Polymerisationsneigung. Eine andere Anforderung besteht andererseits darin, die gebrannte Elektrode nicht reißen. Auch hierbei hat sich der Zusatz von  $\text{PbO}_2$  zum Bindemittel bewährt.

Allgemein war zu bemerken, daß sowohl beim Anodenkoks, wie beim Bindemittel mindestens 2 verschiedene Meinungen sich gegenüber stehen. Auffallend ist die Diskrepanz hinsichtlich der noch benötigten Bindemittelmengen. Wie aus den oben angeführten Zahlen hervorgeht, wurden 5000 to Stinnesextrakt zur Bindemittelverbesserung für Söderberg-Elektroden genügen. Dr. Ritter erwähnte, daß die Parildwerke (Kalkstickstoff), die ebenso ähnliche Bindemittel benötigen.

Nach Ermittlungen von Dr. Ruppel betragen die Verbräuche dieser Industrien in den Jahren 1936 und 1937 nur die geringste Menge von 1000 jato Steinkohlenteer und 1200 jato präparierten Steinkohlenteer.

Weiterhin ist die Frage noch ganz ungeklärt, ob in Zukunft Söderberg-Elektroden oder gebrannte Blockelektroden verwendet werden. Grundsätzlich hält die Blockelektrode für richtiger, da sie den kleineren Verbrauch aufweist und weniger Ansprüche an die Rohmaterialien stellt. Verbrauch für 100 kg Reinaluminium 60 kg bei Söderberg-Elektrode, 45 kg bei Blockelektrode.

Aus der Unterhaltung mit den Bitterfelder Herren ging weiter hervor, daß qualitativ noch manche Wünsche offen sind, doch bevorzugt man das Material, das am billigsten ist. Deswegen verwendet heute Bitterfeld keinen Stinneskoks mehr, sondern die billigen Mischkoks, insbesondere den vielgeschmähten Saesweilerkoks (0,9 - 1 % Feuch). Dafür hat auch Dr. Ritter sich dagegen gewandt, daß die neue 50 000 jato Anlage auf Auguste Viktoria nicht auf Mischkoks aus Feuch und entsahter Kohle arbeiten soll. Der eigentliche Grund dafür ist, daß der Mischkoks aus entsahter Kohle + Feuch nicht nur besser, sondern auch billiger ist. Weiterhin hat Herr Jordy erklärt, daß es ihnen gelungen ist, durch Härten von Weichpech mit  $\text{PbO}_2$  allein, ein <sup>ebenfalls</sup> gutes Bindemittel herzustellen, wie mit Zusatz von Stinnesextrakt. Als Grundpreis für Stinneskoks wurden 160 Mk./to genannt.

An Hand von Ludwigshafener Analysen (siehe Anlage) wurden die Unterschiede in der Zusammensetzung verschiedener Bindemittel aus der Hydrierung und Extraktion im Vergleich zu Feuch aufgezeigt. Stinnesextrakt weist gegenüber den anderen Produkten einen abnorm

hohen Gehalt an Benzolephat (Benzolunlösliches aber Mittellösliches) auf und besonders hohe Schmelzpunkte der einzelnen Komponenten. Am nächsten steht in dieser Hinsicht dem Stinnes-Extrakt naturgemäß der 3. etc. Extrakt Ludwigshafen.

Dr. Hier weist hinsichtlich der Senkung des schnellen Elektrolyseverbrauchs durch Depolarisation noch darauf hin, daß möglicherweise ein Fortschritt dadurch erzielt werden könnte, das  $\frac{1}{2}$  oder  $\frac{1}{3}$  in das Elektrolysenbad eingeleitet wird.

Die Verwendung von Bitterstoffen als Bindemittel wäre auch zu prüfen. Ludwigshafen etc. je eine 5 kg - Probe von Diäthylpropylaminphat an Bitterfeld (Al. Vork.) und Griesheim senden. Gleichen sollen 5 kg - Proben von Benzolephat an Bitterfeld und Griesheim geschickt werden, um sie zu vermutenden besonderen Bindemittelschäften dieses Stoffes zu prüfen.

Anschließend wurde über die chemische Untersuchungsvorfahren Höchst gesprochen.

Dr. Biedler (Ludwigshafen) will die Möglichkeit der Aufreinigung von Diäthylpropylamin über Flotation prüfen und bittet zu diesem Zweck um Herausnahme von je 20 kg der in Betracht kommenden Abfälle.

Dr. Rank

Dr. Biedler



Verzeichnis

Verzeichnis

1. 1. 1911	1. 1. 1911	1. 1. 1911	1. 1. 1911
2. 1. 1912	2. 1. 1912	2. 1. 1912	2. 1. 1912
3. 1. 1913	3. 1. 1913	3. 1. 1913	3. 1. 1913
4. 1. 1914	4. 1. 1914	4. 1. 1914	4. 1. 1914
5. 1. 1915	5. 1. 1915	5. 1. 1915	5. 1. 1915
6. 1. 1916	6. 1. 1916	6. 1. 1916	6. 1. 1916
7. 1. 1917	7. 1. 1917	7. 1. 1917	7. 1. 1917
8. 1. 1918	8. 1. 1918	8. 1. 1918	8. 1. 1918
9. 1. 1919	9. 1. 1919	9. 1. 1919	9. 1. 1919
10. 1. 1920	10. 1. 1920	10. 1. 1920	10. 1. 1920

Verzeichnis

1. 1. 1921	1. 1. 1921	1. 1. 1921	1. 1. 1921
2. 1. 1922	2. 1. 1922	2. 1. 1922	2. 1. 1922
3. 1. 1923	3. 1. 1923	3. 1. 1923	3. 1. 1923
4. 1. 1924	4. 1. 1924	4. 1. 1924	4. 1. 1924
5. 1. 1925	5. 1. 1925	5. 1. 1925	5. 1. 1925
6. 1. 1926	6. 1. 1926	6. 1. 1926	6. 1. 1926
7. 1. 1927	7. 1. 1927	7. 1. 1927	7. 1. 1927
8. 1. 1928	8. 1. 1928	8. 1. 1928	8. 1. 1928
9. 1. 1929	9. 1. 1929	9. 1. 1929	9. 1. 1929
10. 1. 1930	10. 1. 1930	10. 1. 1930	10. 1. 1930

Verzeichnis

1. 1. 1931	1. 1. 1931	1. 1. 1931	1. 1. 1931
2. 1. 1932	2. 1. 1932	2. 1. 1932	2. 1. 1932
3. 1. 1933	3. 1. 1933	3. 1. 1933	3. 1. 1933
4. 1. 1934	4. 1. 1934	4. 1. 1934	4. 1. 1934
5. 1. 1935	5. 1. 1935	5. 1. 1935	5. 1. 1935
6. 1. 1936	6. 1. 1936	6. 1. 1936	6. 1. 1936
7. 1. 1937	7. 1. 1937	7. 1. 1937	7. 1. 1937
8. 1. 1938	8. 1. 1938	8. 1. 1938	8. 1. 1938
9. 1. 1939	9. 1. 1939	9. 1. 1939	9. 1. 1939
10. 1. 1940	10. 1. 1940	10. 1. 1940	10. 1. 1940

Verzeichnis

1. 1. 1941	1. 1. 1941	1. 1. 1941	1. 1. 1941
2. 1. 1942	2. 1. 1942	2. 1. 1942	2. 1. 1942
3. 1. 1943	3. 1. 1943	3. 1. 1943	3. 1. 1943
4. 1. 1944	4. 1. 1944	4. 1. 1944	4. 1. 1944
5. 1. 1945	5. 1. 1945	5. 1. 1945	5. 1. 1945
6. 1. 1946	6. 1. 1946	6. 1. 1946	6. 1. 1946
7. 1. 1947	7. 1. 1947	7. 1. 1947	7. 1. 1947
8. 1. 1948	8. 1. 1948	8. 1. 1948	8. 1. 1948
9. 1. 1949	9. 1. 1949	9. 1. 1949	9. 1. 1949
10. 1. 1950	10. 1. 1950	10. 1. 1950	10. 1. 1950

Perbessaran per. in erwhi kole. 100 on  
ure. on. 1000.

Invechi. on. in. 1000  
of rich. on. 1000.

1000. 1000.

6. Veränderung der Bindfähigkeit von Bitumen durch Oxidation  
Vorläufige Mitteilung

Bituminöse Rohmaterialien insbesondere Teere und Erdpech, die bei der Herstellung von Bitumen durch Oxidation unter hohen Drücken geblasenen Teeren, werden bessere Bindungen zu den Zuschlagstoffen und auch zu den Zuschlagstoffen erhalten. Der Erweichungspunkt und Bruchpunkt ändern sich bei der Oxidation von dem geblasenen Teeren her. Es sind:

auch die Eigenschaften ändern sich durch Oxidation. Die Bindung verändert sich zu Gunsten der Bindung. Die Eigenschaften ändern sich durch Oxidation günstig beeinflusst werden.

Es wurde die bei 100 atm geblasene Teere bei 150° am Luft geblasen, ohne Kontaktstoffe. Die Eigenschaften des Bitumens durch die Oxidation von dem geblasenen Teeren her.

Bitumen P 20	Erweichungspunkt	Bruchpunkt	16 Stunden oxidiert
Asphal	0	0,05	0,17
Arbeits	52,0		50,0 Sap
Erweichungspunkt	78	50,0	70
Bruchpunkt	14,0	5,0	10,0
S Asphal	24,0	5,0	2,0
Neutral	52,0	58,0	50,0

Wie aus der Tabelle hervorgeht, ist der Erweichungspunkt des Bitumens durch die Oxidation um etwa 30 Punkte nach oben gerückt, was die Art der Bindung in der Verlegung aus, die für die Festigkeit wichtige Punkte, hat sich fast verdoppelt, der S Asphal, während der Asphal geblieben während das Neutral, um 12 Punkte nach unten gerückt worden ist.

Die Veränderungen sind sicher weitgehend zu allen den Neutral, eine Veränderung in Richtung höherem Erweichungspunkt und Annahme von Sauerstoff erfahren haben dürfte. Bei der Oxidation von dem geblasenen Teeren her.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Bindung sich nach oben, da eine Veränderung in Richtung höherem Erweichungspunkt und Annahme von Sauerstoff erfahren haben dürfte. Bei der Oxidation von dem geblasenen Teeren her.

10

27. Illegible text Illegible text Illegible text  
Illegible text  
Illegible text  
Illegible text

Prague 08. 11. 1944



16. Januar 1943. Rk/Lo.

149

27) Hydrierabschlämme als Ausgangsprodukt für  
Elektrodenkoks und Brikettiermittel.

A. Elektrodenkoks.

Die Aluminiumindustrie benötigt zur Elektrodenherstellung einerseits möglichst aschefreien Elektrodenkoks, andererseits möglichst aschefreies Bindemittel. Das Bindemittel wird sowohl zur Herstellung von Mischkoks, wie auch zur Anteilung der Elektrodenmasse verwendet.

Neben Pechen und Kohleextrakten (Stinnes-Verfahren, Under-Verfahren, Extrahierende Hydrierung Ludwigshafen) kommen die Asphalte und Hochmolekularen der normalen Hydrierabschlämme als Ausgangsmaterial für Koks und Bindemittel in Frage.

Die Arbeitsweise bei der Verwendung von Hydrierabschlämmen ist folgende:

Der Abschlamm wird in Verdünnung mit Sumpf-Mittelöl bzw. benzinfreiem Abstreifer filtriert. Das aschearme Filtrat wird auf einen Erweichungspunkt von 70-100 getoppt. Das entstehende hochasphaltartige Bitumen wird entweder direkt als Bindemittel verwendet, oder für sich allein bzw. in Mischung mit aschearmer Kohle zu Elektrodenkoks verkohlt. Die Verkohlung des Bitumens ohne Kohlezusatz geschieht schwachmässig unter Druck (Druckverschmelzung), da bei dieser Arbeitsweise gegenüber der drucklosen Verkohlung einerseits besser und mehr Koks, andererseits leichtere Öle (Hochqualität) erhalten werden.

Verglichen mit den Kohleextrakten ist die Filtrierfähigkeit der normalen Hydrierabschlämme schlechter und teilweise untechnisch.

Während die Kohleextrakte entsprechend ihrer Herstellungsweise 6 - 10 % feste- und Ascheteile enthalten, sind in Hydrierabschlämmen 18 - 25 % feste Anteile enthalten. Diese erfordern aus diesem Grund sowie aus Gründen der Viskosität entsprechende Verdünnung vor der Filtration.

Werden Hydrierabschlämme mit Mittelöl auf etwa gleichen Festgehalt (Filtrierückstandsmenge) wie Extrakte verdünnt, ergibt sich für ihre Filtrierfähigkeit folgendes Bild:

209971

Filterleistung  $\text{kg/m}^2/\text{h}$  im Druck-Steinfilter

	Verdünntes Produkt	Originalprodukt (errechnet)
Abschlamm von:		
Schelvan	72	18
Oberschles.Kohle Benzin + Mittelöl	49	16
Oberschles.Kohle Benzin + Heizöl	77	26
Rheinbraun	162	54
Oberschlesische Kohle extrahierende Hydrie- rung 700 ata		163
Oberschles.Kohle extrahierende Hydrie- rung 300 ata		ca. 250
Stinnesextrakt		ca. 300

Bei etwa gleicher Filterrückstandsmenge ergibt von den unter-  
suchten 3 Abschlüssen der Abschlamm Rheinbraun die beste Filterlei-  
stung. In Verdünnung mit 200 % Sumpfmittelöl hat die Mischung 162 kg  
Filterleistung gegenüber 165 kg beim Extrakt der extrahierenden Hy-  
drisierung von oberchles.Kohle bei 700 ata.  
Alle übrigen Abschlüsse weisen kaum die halbe Filterleistung auf.

Aus Abschlamm von Rheinischer Braunkohle (10 Btr. Ofen Versuch  
auf Benzin + Mittelöl)<sup>1)</sup> wurden entsprechend diesem Ergebnis Binde-  
mittel und Elektrodenkohle erzeugt.

Als Verdünnungsmittel wurde benzinfreier zugehöriger Abstreif-  
er im Anfallverhältnis (ca. 1 : 1) genommen.

100 kg Abschlamm

100 kg gestrippter Abstreifer

200 kg Filtermischung

↓ Filtration ( $146 \text{ kg/m}^2/\text{St.}$  Leistung bei  $160^\circ$   
Druck-Steinfilter)

180 kg Filtrat

↓ FORTSCHRITT

40 kg aschefreie Bitumen (Bindemittel) mit Erw. 200°C

↓ Druckverrechnung und Nachbrennen

25 kg Elektrodenkohle

1) Ofen 459 v. 14. II. 42 12 % Festes. 2) Kleinversuch D. Pfirrmann.

Bei diesem vorläufigen Versuch wurde, also aus 100 kg Abschlamm 40 kg aschefreies Bitumen (Bindemittel) mit B.Pkt. 85 oder 22 kg Elektrodenkoks erhalten. Das Bindemittel enthielt 34 % s-Asphalt.

Im Hydrierwerk Rheinbraun müßte für eine zusätzliche Erzeugung von 28 000 tato aschefreies Bindemittel oder 17 600 tato Elektrodenkoks und 4 800 tato Heizöl der Kohledurchsatz um etwa 7,5 % erhöht werden.

Die Eignung des Bindemittels zur Anmischung der Elektrodenmasse wird an einer Versuchselektrode geprüft.

Weiterhin sind zur Zeit Versuche im Gang, den Ofen-Abschlamm (Entsandschlamm), der viel Asphalt enthält, auf Bindemittel aufzuarbeiten.

### B) Brikettiermittel.

Zur Verwendung von asche- und festhaltigen Hydrierprodukten (Abschlamm, Schlenderrückstand, Anhydrierte Kohle, Abschlamm von gemeinschaftlicher Kohle-Teer-Verarbeitung usw.) ist grundsätzlich folgendes zu beachten:

Die Hydrierprodukte enthalten Asche, Benzolfestes, s-Asphalt und Öl. Entsprechende Untersuchungen an Brikettierpechen haben bezüglich dieser Bestandteile Folgendes ergeben:

- 1) Benzolfestes<sup>1)</sup> hat keine Bindekraft und wirkt darüber hinaus hinsichtlich Bindekraft verschlechternd auf die Träger der Bindekraft Asphalt und Öl; Benzolfestes erhöht durch seine Anwesenheit stark den Erweichungspunkt des Bitumens.
- 2) Ein Optimum der Bindekraft tritt auf bei einem Asphalt-Ölverhältnis 1 : 1, s-Asphalt allein hat schlechtere Bindeeigenschaften wie ein Asphalt-Öl-Gemisch. Ein Überwiegen von s bewirkt aus naheliegenden Gründen ebenso schlechtere Bindeeigenschaften.
- 3) Wie aus 1) und 2) hervorgeht, ist der Erweichungspunkt kein genügendes Maß für die Bindefähigkeit eines Brikettiermittels. Vielmehr stellt er eine Bedingung dar, welche von der Technik gefordert wird. Weichpeche unter 60° B.P. lassen sich nicht mahlen, Peche über 75° B.P. erweichen in üblichen Knetwerk nicht.

Die Herstellung von Brikettiermittel aus Hydrierprodukten muss sowohl diese Gesichtspunkte berücksichtigen, wie auch hinsichtlich des Hydrierprozesses auf möglichst geringen Überverlust und möglichst vollständige Unterbringung der unangebauten Kohle und Asche im Brikettiermittel achten.

1) ebenso natürlich Asche.

z. B. enthält ein Scholvener Abschlamme:

27 % Benschfestes (einschliesslich Asche)  
19 % Asphalt  
54 % Öl

der Schleuderrückstand daraus:

39 % Benschfestes  
9,5 % Asphalt  
52,49 % Öl.

Es ist sofort ersichtlich, dass der Abschlamme hinsichtlich Bindefähigkeit besser zur Brikettiermittelherstellung durch Toppen geeignet ist als der Schleuderrückstand. Von Seite des Hydrierprozesses und des Ölhaushaltes ist jedoch der Schleuderrückstand vorzuziehen. Es wird deshalb in der Praxis ein Gemisch von Schleuderrückstand und Abschlamme zur Brikettiermittelerzeugung heranzusehen sein. Die Gelösigkeit, grössere Abschlammmengen zur Brikettiermittelerzeugung einzusetzen, ergibt sich dann, wenn hinsichtlich Vorheizerleistung, Druckdifferenz, Pumpenpreserven etc. die Möglichkeit besteht, auf erhöhten Kohledurchsatz (Schwerölüberschuss) zu gehen bzw. wenn Öl aus der Schwelung von hergestellten Briketts in die Hydrierung zurückläuft.

Die speziellen Fahrweisen auf anhydrierte Kohle und die Fahrweise mit Schwelteeeranreicherung zwecks Veredlung des Schwelteeers und gleichzeitiger Erzeugung von Brikettiermittel aus Kohle stellt die sinngemässe Fortsetzung der Fahrweise mit Durchsatzserhöhung auf Schwerölüberschuss dar.

gez Rank  
gez Gieg  
gez Hapfor



28. Elektrodenpotentiale in der Lanthanreihe  
Berlin u. J. L. 1944.  
Discussion on electrode potentials in  
the Lanthan series at Berlin on Dec. 9, 1944.

Pages 153 - 156

Besprechungsbericht

Elektrodenkoksbesprechung in der Länderbank Berlin am 3.12.1942.

Anwesend: Dr. Piator: I.G. Hüttenfeld  
 Dr. Waidlich: Reichsmat  
 Dr. Pöschel }  
 Dr. Rühl } I.G. Lu

Dr. Piator und Dr. Waidlich berichteten über die derzeitige Lage und den geplanten Ausbau der Aluminiumindustrie.

Aluminiumerzeugung in Großeuropa:

Jahr	vorhandene Kapazität	Erzeugung	% Erzeugung von Kapazität
1942	520 000 t	411 000 t	79 %
1943	590 000 t	500 000 t	85 %
1944	650 000 t	590 000 t	91 %
1945	730 000 t	670 000 t	92 %

In Großdeutschland bleibt die Erzeugung um rund 5 % hinter der Kapazität zurück.

Zum Vergleich: Al-Erzeugung USA allein 1942: 450 000 t.

Elektrodenkoksbedarf in Großeuropa:

(für Aluminium, Stahl und Chemie)

Jahr	für vorhandene Kapazität	für Erzeugung
1942	350 000 t	290 000 t
1943	405 000 t	360 000 t
1944	450 000 t	410 000 t
1945	490 000 t	460 000 t

Von dieser Menge werden jeweils ca. 100 000 t also von Stahl- und chemischer Industrie verbraucht und zwar kommt für diesen Zweck nur reiner Pechkoks in Frage (Graphitelektroden usw.).

U. Produktion Ein. Produktionsleistung H. Produktionsmaterial

Jahr	Fein- Produkten und Feinabfälle	Kohle Produkten und Feinabfälle	Abfälle Kohle	Kohle Produkten und Feinabfälle Kohle	Summe
1942	140 000 t	47 000 t	10 000 t	50 000 t	247 000 t
1943	170 000 t	44 000 t	18 000 t	70 000 t	324 000 t
1944	185 000 t	47 000 t	20 000 t	170 000 t	424 000 t
1945	185 000 t	47 000 t	20 000 t	220 000 t	474 000 t

Die Produktionsleistung soll durch wesentliche durch Bereit-  
haltung von Kohle gedeckt werden.

Für den Gürtelplan, Gürtelplan, sind Wasser- und Energie-Bedarf  
gedeckt, Kohle-Produktion 10 Mill. RM/Jahr. Stufe 1 ist fertig,  
Stufe 2 ist in Bau. Einleuchtende Stufe 3 ist im Bedarf um 50 000 t  
(Mitte 1944 bis Anfang 1945 beschaffen).

Stärke-Kohle:

Für 1945 sind 10-1500 t Stärke vorgesehen. Wasserkraft-  
leistung wird durch Kohle gedeckt. Die Stärke-Produktion hat  
sich durch einen Beschäftigten erhöht. Das Mittel wird für  
für maximal 25 000 t/jahr. Wasserkraft-Produktion mit dem  
Plan eines Anstiegs auf 30 000 t/jahr. Derzeitiger Preis des Extrakt-  
kokes RM 160.

Peckkohle:

Peckkohle hat andere Struktur wie Koks (hohe Werte).  
Aus Hartpeckkohle ca. 5% Elektrodenkohle erhältlich. Der Preis  
für korrosives Peckkohle beträgt RM 90; auch für ein Zusatz wird  
nicht mehr bezahlt werden können. Erzeugung von besonders  
hohe Anwertwerte (z.B. 0,1%) in Kohle nicht möglich. 0,4 %  
Asche im vollen Ausmaß, Maximalwert 0,6 - 0,7%.

Reiner Peckkohle stellt Elektroden und Rohkohle vor (15 000 t/jahr).  
Der Braunkohle peckkohle der Betrag (20 000 t/jahr) hat seiner  
Qualität sehr gut.

Ersatzkohle aus schwebenden Aschekohle und Kohle.

Um den Mangel an Peckkohle schnell abzuwehren, wurden bis jetzt  
20 000 t aschearmer Anthrazit beschaffen. Bis jetzt ist die  
Qualität von Anthrazitkohle noch zu wünschen übrig (Feuchtigkeit,  
mangelnde Verformung der Anthrazitteilchen). Der Anthrazit graphi-  
tiert schlecht und wird erst bei Erhitzung auf sehr hohe Temperatur  
(1500 - 1600°) genügend leitfähig. Das Glühen bei so hohen Tempera-  
turen macht Schwierigkeiten.

(1) 5000 t fraglich (Especkkohle), Einfluß nicht

Eine weitere Maßnahme ist die Erzeugung von Elektrodenkoks aus entascheter Braunkohle (Ems- und Festkohlen). Entaschung geschieht nach Hochster Verfahren. Zuerst Glase-Verfahren, Bitterfelder Verfahren, es werden 0,1 - 0,2 % Asche in Kohle entfernt, nach neueren Bitterfelder Resultaten 0,2 % Asche. Bis 1945 sollen 200 000 - 250 000 t Jato Koks erzeugt werden. Spitzenleistungen in Anthracitentscheidung erreichen die Franzosen mit Flußsäure (0,2 % Asche).

Die Reinkohlenkoke stellt nur eine Zwischenlösung dar, man will später wieder lavon los, da Kohlenkoke eine andere Struktur aufweisen wie Feinkoke. Wegen der komplizierten Aufbereitung sind Kohlenkoke auch nicht billig (90 - 120 RM).

#### Mischkoke.

Bessere Struktur der Koke wird erreicht bei Verwendung von Gemischen aus entascheter Kohle oder Anthrazit und Pech (z.B. 70 Teile entaschte Feinkohle + 30 Teile Pech). Zur Zeit laufen in Bitterfeld diesbezügliche Großversuche.

Alle diese Braunkohle Koke sind nur für die Aluminiumindustrie in Frage, die übrigen Verbraucher (Graphitelektroden usw.) sind auf Feinkoke angewiesen.

#### Bindemittel.

Zur Herstellung der Söderbergelektrode wird der Elektrodenkoke mit etwa 25 % eines asphalthaltigen aschefreien Bindemittels (z.B. Pech + Teeröl) vermischt. Mit der Erhöhung des Elektrodenkoksverbrauches steigt automatisch der Bindemittelverbrauch. Zur Zeit werden für diesen Zweck etwa 75 000 t Jato Pech + Teeröl verbraucht, 1945 wird der Verbrauch etwa 120 000 t Jato sein. Bei der Herstellung von Mischkoken (entaschte Kohlen + Pech) wird zusätzlich noch weiteres Bindemittel gefragt werden. Infolge dieser Lage besteht zur Zeit besonderes Interesse für Beschaffung von Bindemitteln. Da Pech für diesen Zweck freizumachen, wird die Sulfitpechfabrikation gefördert. Dr. Pistor weist in diesem Zusammenhang auf die Arbeiten von Dr. Bahr hin (Brautz von Brikkettierpech durch E-Pech). Da an die Qualität des Bindemittels besondere Ansprüche gestellt werden und Pech keine ideale Lösung darstellt, sucht man hier neue Möglichkeiten. Stinnes-Extrakt zeigt besonders gute Bindekraft und verursacht hohe Elektrodenfestigkeit. Verbesserung von Pechen für diesen Zweck wurde durch Zusatz von 0,2 %  $AlCl_3$  erreicht (Kondensation). Extrakt aus dem Ludwigshafener Großversuch wurde im Mai nach Bitterfeld abgeschickt. Dr. Pistor will über die Erfahrungen damit als Bindemittel brieflich berichten.

Eine gute Prüfmethode auf die Signung des Bindemittels wird folgendermaßen ausgeführt: Ein Würfel aus Elektrodenmasse wird auf eine erhitzte Unterlage gestellt. Bei nicht kondensiertem Pech bildet sich durch Herabfließen von Ölbestandteilen ein Ölrand; bei mit  $AlCl_3$  kondensiertem Pechen entsteht dieser Rand nicht.



Dr. Neukirch weist auf die veränderte Bindkraft von benzollöslichen und benzolunlöslichen Stoffen in Peck hin, die er bei seinerzeitigen Versuchen festgestellt habe.

Dr. Pistor regt einen Erfahrungsaustausch über Bindeseigenschaften und diesbezügliche Untersuchungsmethoden zwischen Bitterfeld und Ludwigshafen an. Ludwigshafen wird brieflich einen Termin für eine Besprechung in Ludwigshafen vorgeschlagen.

Dr. Pier berichtet hierauf über den günstigen Verlauf des Extraktions-Großversuchs in Ludwigshafen und erklärt, es läge in Ludwigshafen ein technisch reifes Verfahren vor, das in seinen Filtrationsleistungen zwar etwas schlechter liege als die Filtration bei Stinnes, jedoch noch immer technische Filterleistungen aufweise. Im Gegensatz zu Stinnes sei jedoch als wesentlicher Vorteil Mittelöl-Überstand vorhanden. Neben Bitumen bzw. Elektrodenkoks entstehe etwa in gleicher Menge Benzol + Mittelöl + Heizöl. Der Koks sei dem Stinnes-Koks ähnlich, das Bitumen etwas niedrig molekularer. Da das Verfahren besondere Maßnahmen in der Kohlevorbereitung usw. erfordere, sei es nicht unmittelbar in einer vorhandenen Kohlehydrierung durchzuführen, sondern erfordere Neuanlagen. Als Beispiel für eine Neuanlage wurde von Dr. Pier eine Anlage für 80 000 t Elektrodenkoks entsprechend 280 000 t Rohkohle und 20 000 t Eisenverbrauch genannt. Eine solche Anlage könnte natürlich statt Koks ebenso-gut auch Bindemittel liefern.

Dr. Pistor erklärte, daß in Anbetracht der Eisenknappheit und einer eventuell in Richtung Petrolkoks verlaufenden Entwicklung nach dem Kriege die Errichtung einer so großen Neuanlage vielleicht nicht angezeigt wäre. Die Verwendung von Produkten aus laufenden Hydrierwerken, welche ohne Errichtung von wesentlichen Zusatzanlagen möglich wäre, erscheine ihm günstiger. Dr. Pier erwiderte, daß die Baueit für eine Neuanlage mindestens 2 Jahre sei. Angesehen davon bläe ein Preis von 90 RM pro Tonne Elektrodenkoks kaum einen Anreiz für die Errichtung einer Neuanlage.

In Ludwigshafen seien neben den Extraktionsversuchen auch die Filtrationsversuche mit Hydrieratschlamm selbst weitergeführt worden. Günstige Aussichten ergab dabei Huelbraunabschlamm. Weiterhin bestünden Möglichkeiten, aus Brüxer Teer Bin. Mittel oder Koks zu erzeugen, eventuell auch durch Kombination von aschearmem Anthrazit mit Brüxer Pechanteilen. Dr. Pistor bat um Probependungen dieser Bindemittel nach Bitterfeld und versprach seinerseits, ungeglühten Anthrazit nach Ludwigshafen zu schicken.

gez. Rank

29. Atomare N-Isotopenerzeugung mittels  
extrahierender Verfahren.  
Status of electrodeless cathode production of  
extractive separation.

Publ. No. 157 - 10

Filterung

Ursachen der Laktulosekondensatbildung mittels  
extrahierender Hydrolyse

Beobachtung

Bei in unvollkommen durchgeführtem Grobversuch hat gezeigt, daß die extrahierende Hydrolyse bei 30 und 70 atm technisch nicht durchführbar ist, sofern die nötigen Gasdruckleistungen in dem Ofen eingestellt werden. Diese liegen in einem Bereich von 10 bis 15 atm, was bei 30 atm die bei dem Hochdruckverfahren verwendete Stromschleunigung  $\sqrt{v}$  Grobversuch im 9 cm sec., 17 cm sec. (14 cm sec.) Die Temperatur beträgt nach dem Versuch ca. 120 Grad pro kg eingesetztes Rohmaterial. Auf Grund dessen und der in dem Ofen vorhandenen Abstrahlung ergibt sich, daß eine Zwischenvorheizung vor dem Einsatz des Ofens nicht notwendig ist. Die Zwischenheizung eines normalen Aggregates zwischen Ofen und Abscheider ist nach den Erfahrungen des Grobversuches nicht möglich. Entweder muß ein Aggregat in der Vorheizung auf Grund veranlaßt werden oder mit Rohmaterial bei Abscheider gefahren und die Produkte anschließend gereinigt werden.

Filtration

Für die Filtration ergab sich das Grobfilter (Saugrohrfilter) mit Filterhilfe (Kiesgur) als geeignet. Nach Angabe von Dr. Hoffmann wurden bei Produkt aus oberem Kohle und 30 atm 240-260 kg Leistung pro m<sup>2</sup>/h, bei 70 atm Produkt 15-18 kg pro m<sup>2</sup> u. atm erhalten. Bei 70 atm Produkt aus der verwendeten Lothringer- und Ruhr-Kohle lagen die Filterleistungen unter 1 kg pro m<sup>2</sup> u. atm (siehe 2). Durch Ausschleusen der Abschlämme aus dem Hochdruck wurden die Filterleistungen etwa auf das Doppelte verbessert. Die entsprechende Filterleistung für Stionsprodukte würde schätzungsweise bei 500 kg liegen. Die Filterverluste betragen in halotechnischen Maßstab 1-1,6 % auf in die Filtration eingesetztes Produkt, sodaß man für die Grobtechnik mit Hochdruck 1 % rechnen kann (= 2,0 - 2,5 % auf Feinkohle).

- 1) Die in einem Ofen der Ludwigshöfer Kammer beobachteten Festabscheidungen zeigten gleiche Beschaffenheit, wie die abschlammende und sind durch Abstrahlung infolge der in diesem Ofen herrschenden zu geringen Stromschleunigung verursacht.
- 2) Aus dem Verhalten der zuriften Lothringer- und Ruhrkohle darf nicht allgemein auf das Verhalten von Saar- und Ruhrkohlen geschl. sein werden

Druckkohlen

Die Verkokung der ausgetopften Eisenerze erfolgt in einem unter Druck von 4 - 6 at bei 475°. Man erhält dabei etwa 50% Elektrokoksa, 30% Schmelzmittel & Verflucht. Die Schmelzmittel sind aus ca. 3-7% Benzol, 20-30% 40% Mittelöl, der Rest ist schwerflüchtig. Die Druckkohlen werden aus den kleinen Schlacken ausgegründet (100 kg Schlacke ergibt 100 kg Kohle). Die Schlacken werden spezialisiert, wie die von ihnen für Substratlagen geliefert werden, in Frage. Für die Schlacken werden die in der Kokerei-Literatur beschriebenen Verfahren verwendet.

Produktions-  
beispiel

Im Verlauf der Lohnkokserei werden aus den einzelnen Kohlen folgende Produktmengen erhalten:

	Strahlereis & Drierkohle			Estrich- Licht Mengen
	Überschießkohle	Bohr- Kohle	Sub- Kohle	
3-Gehalt der Kohle	82	82,4	86,1	86-87
Druck	30	70	70	150
Kohle	85,3	92,8	94,3	ca. 75-80
Anzahl auf 100 kg Fein- Kohle				
Benzin	44	67	61	66
Mittelöl	55	162	98	Zusatz nützlich!
Schweröl	95	111	122	114
Elektro- Koksa	345	317	349	ca. 500

Mit einer 4-fach-Kammer (36 atm Reaktionsraum) können bei 700 atm aus ober-schlesischer Kohle hergestellt werden:

- 77 600 tsto Elektrokoks
- 16 400 " Autobenzin
- 25 000 " Mittelöl
- 42 000 " Holzöl.

167 900



Kohlebedarf

Der Kohlebedarf für eine Kammer beträgt etwa 280 000 t/ato. Neben der normalen Kammer sind notwendig: Filtration, Bruckschmelzung und Aschverkokung.

Anlagekosten

Die gesamten Anlagekosten ohne Nebenanlagen, Energie und H <sub>2</sub> -Erzeugung betragen 23 Mill.	
pro to Elektrodenkoks	296 RM
pro to Nebenprodukten	143 RM

Preis

Unter Zugrundelegung eines Heizwertes von 16 000 kcal/kg stellt sich die to Elektrodenkoks auf 115 RM (Leistungspreis ohne Zuschläge).

Eisenbedarf

Der Eisenbedarf für Elektrodenkoks (über 4-fach-Kammer) ist mit 20 000 t/a.

Die Anlage enthält ein Schema der Arbeitsweise.

gez Simon  
" Rank

Anlage.

Verarbeitungsschema für ober-schlesische Kohle bei 7 atm auf Elektrokoks

1000 kg Feinkohle:

- 1 140 kg Rohkohle
- 7 kg Katalysator wasserfrei
- 1 057 kg Trockenkohle + Kat.
- 1 220 kg Anreihemittelöl
- 550 kg Rückfuhrabschlamm
- 2 927 kg Kohletrei

Strahlende Abdrierung (92,6% Abbau)

- 110 kg Abstreifer + Gasbenzin
- 2 598 kg Abschlamm
- 550 kg Rückfuhrabschlamm
- 2 048 kg Neuausschlamm

Filtration

215 kg Filtrerrückstand

Schwelung

73 kg Schwelöl

- 1 813 kg Filtrat 20 kg Verlust
- 110 kg Abstreifer + Gasbenzin
- 73 kg Schwelöl

1 996 kg Mischung

Destillation

53 kg Benzin

1 299 kg Mittelöl

- 1 220 kg Anreihemittelöl

79 kg Mittelöl neu

10 kg Verlust

534 kg Bitumen

Druckschneidung  
Nachverkokung

Gesamtanabau aus 1000 kg Feinkohle:

- 67 kg Benzin
- 102 kg Mittelöl
- 171 kg Heizöl (35% Mittelölgehalt)
- 317 kg Elektrokoks
- 657 kg

- 317 kg Elektrokoks
- 14 kg Benzin
- 83 kg Mittelöl
- 111 kg Schwelöl
- 109 kg Gas + Verlust

1.24  
21.1

Handwritten notes and calculations in the bottom right corner.

Elektrotennis.  
Electro tennis.

Frame nos. 101 - 103

①

①

①

①



3,26

8,

2,27  
2,24

20,93

36,28  
17,90

erhöht.

267,50

64,20

302,50

97.-

0

18.-

4.

Spe. Dr

664

264.76

100.-

ITHE

31. ... von ...  
von ...  
erst ...  
... durch ...

... 114 - 116

Erste Werte von der hydrierenden Verarbeitung.

von Primärbitumen a.

Zusammenfassung.

Steinkohleextrakt aus der extrahierenden Hydrierung bei 600 atm läßt sich besser hydrieren als ein Steinkohlenteerpech mit ähnlichem Gehalt an hochmolekularen Anteilen.

Bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl unter Verwendung von Eisenkontakt ist die direkte Hydrierung von Kohle günstiger als die zweistufige Arbeitsweise.

Primärbitumen, das durch extrahierende Hydrierung von schlesischer Steinkohle bei 600 atm in Ka 804 gewonnen worden war, wurde in kurzen Versuchen bei 600 atm mit Eisenkontakt im 10 Ltr.-Ofen auf Benzin und Mittelöl und auf Schwerölüberschuss gefahren. Die Ergebnisse sind in der anliegenden Tabelle aufgeführt und mit einem relativ hochasphaltartigen Steinkohlenteerrückstand (P 1487) verglichen. Bei annähernd gleichem Gehalt an Hochmolekularem (Festes + Asphalt) unterscheidet sich das Primärbitumen von diesem entsprechend seiner Entstehungsart vor allem durch seinen geringen Gehalt an Tetralin-Kresol-Üblichem.

		Primärbitumen	P 1487
Petralin-Kresol-Festes	%	1,2	14,0
Benzolfestes-Tetralin-Kres.- Festes)	%	16,2	8,6
o-Asphalt v. Gz.	%	24,9	18,8
Summe	%	42,3	41,4

Wie der Zusammensetzung nach zu erwarten ist, läßt sich das Primärbitumen mit besseren Ergebnissen auf Schweröl verarbeiten als das Teerpech. Im Gegensatz zu diesem muß mit einer geringen Mittelölrückführung gefahren werden, um den zähen Brei pumpbar zu machen. Außerdem wird eine größere Gasmenge benötigt, um eine ausreichende Trennwirkung in Abscheider zu erzielen. Bei niedrigerer Temperatur wird ein besserer Asphalt- und Festeabbaue erzielt. Die Vergasung liegt mit rd. 11 % (ein Wert) sehr niedrig. Der Versuch war nicht voll ausgefahren; er soll gelegentlich mit höherer Temperatur wiederholt werden.

Bei der Benzin- und Mittelölfahrweise werden dagegen keine günstigen Resultate erhalten. Insbesondere erreichte die Vergasung für einen klarigen Rohstoff sehr hohe Werte. Damit bestätigt sich die in früheren Versuchen gewonnene Erfahrung, daß sich Steinkohleextrakt bei der Hydrierung nicht günstiger verhalten als die Steinkohle selbst.



Das zum Vergleich herangezogene Teerpech hätte sich vermutlich nicht auf Benzol und Mittelöl verarbeiten lassen.

Aus den nachstehenden Zahlen läßt sich erkennen, um wieviel vorteilhafter in chemischer Beziehung die direkte Hydrierung von Kohle auf Benzol und Mittelöl gegenüber dem zweistufigen Verfahren ist, was sich vor allem in geringerer Vergasung, höherer Leistung und einer etwa höheren Ölansichte auf Reinkohle bezogen, äußert. Der Ölgehalt der zweistufigen Verarbeitung enthält mehr Benzol.

Verarbeitung von schlesischer Steinkohle auf Benzol und Mittelöl

		in zwei Stufen			direkt
		1. Stufe	2. Stufe	1+2	
Ansichte auf R.F.	%	79,8	-	58,8	60,0
Ölgehalt-Leistung (ohne Primärbitumen) in Ölgehalt		0,135	0,272	0,20	0,26
	Benzol-200° %	32,9	24,9	27,0	23,2
	Mittelöl %	67,1	75,1	73,0	76,8
Vergasung	%	7,51	24,5	26,3	23

Dagegen scheint die zweistufige Verarbeitung auf Schweröl-Überschuß möglicherweise Vorteile, vor allem hinsichtlich der Vergasung bringen zu können, wenn es gelingt, in der 2. Stufe eine ausreichende Leistung zu erzielen. Hierzu sind weitere Versuche nötig.

gez. Hupfer  
" Leonhardt

1) 0 - Vergasung.

## Hydrierung von Primärbitumen.

166

Fahrweise	Primärbitumen		z. Vergleich
	Bi + Mi	Schweröl	Steinkohlenteerp. p 1487
			Schw röl
Kontakte: Eisen-Grude alkal. %	1,5	1,5	2,0
Na <sub>2</sub> S	0,2	0,2	0,2
Rückführung Frischöl:			
Abschlamm	1:0,5	1:0,5	1:0,5
" Schweröl	65:35	-	-
" Mittelöl	-	83:17	-
Fahrbedingungen: Temp. Schl.	433	428	437
" Ofen	450	476	450
" Absch.	468	464	468
Durchsatz kg- r. Öl/1 Ofen/h	0,372	0,524	0,594
Gas m <sup>3</sup> /kg. Fr. Öl	3,96	4,03	2,72
Ergebnisse: Rohbilanz aus/ein	98,8	101,4	98,7
Ausbeute	94,7	98,5	97,5
Prakt. Ölgewinn-Leistung	0,271	0,437	0,450
Ölgew. auf R. Fr. Öl	67,2	85,9	76,5
darin Benzin -200	25,7	23,6	11,1
M'öl 200-325	83,0	37,3	40,7
S'öl	- 8,7	34,1	48,2
Vergasung auf pr. Ölgew.+Verg.	24,4	10,8	17,4
v. vergastem C: CO	3,7	6,6	5,1
CO <sub>2</sub>	1,7	-	-
Abbau d. org. Fest. (Bsl).	95,5	93,4	81,0
(Tetr. Kres.)	93,3	96,7	70,8
Asphaltabbau	94,8	96,7	93,9
Neuabschlamm auf R. Fr. Öl	14,5	10,3	-
Neuwasser " " " "	2,9	3,5	0,6
Ofen	451	451	455
Datum	21.22.9.42	17.9.42	17.9.42

TABLE

2. The following technical information is hereby furnished in confidence for your information and use only. It is not to be disseminated outside your organization.

Form No. 107-109

Zur Frage der technischen Elektrodenkoksnerstellung  
auf dem Wege der extrahierenden  
Hydrierung.

Als zweckmäßigste Verarbeitungsweise ergaben ausführliche Versuche im 10-Ltr.-Ofen mit oberhalb-sischer Kohle (vgl. Bericht v. Htm. vom 17.9.1942, 29621 i) die in der nachfolgenden Tabelle unter I und II aufgeführten Bedingungen und Ergebnisse. Unter III sind die Verarbeitungsbedingungen und Ergebnisse des Großversuchs danebengestellt.

Der in der Großapparatur durchgeführte Versuch konnte mit Rücksicht auf das Fehlen einer Druckschwelungsapparatur nur unter Bedingungen im vollständigen Gleichgewicht gefahren werden, unter denen eine ausreichende Mittelölbildung im Hochdruck stattfand. Immerhin zeigt die Gegenüberstellung der Versuchsergebnisse eine ganz gute Übereinstimmung mit dem 10-Ltr.-Ofen. Die Spaltung ist etwas stärker (höhere Mittelölneubildung), was wohl in der Hauptsache auf den höheren Mittelölgehalt der Anreicherung zurückzuführen ist. Die Filtrationszeiten sind etwas schlechter. Dies ist jedoch im wesentlichen der Tatsache zuzuschreiben, daß der Ofen nicht vollständig im Gleichgewicht gefahren werden konnte.

Der Versuch hat gezeigt, daß die Elektrodenkoksherstellung grundsätzlich im Kapazitätsöfen möglich ist, d.h. daß man eine normale 4-fach Kammer einsetzen könnte.<sup>1)</sup> Es sind jedoch Hinweise vorhanden, daß die Geschwindigkeiten in den Öfen noch erhöht werden sollte, d.h. daß die 36 cbm Reaktionsraum günstiger auf 6 Öfen aufgeteilt werden würden. Nach dem Verlauf des Großversuchs scheint es wahrscheinlich, daß man den Regenerator zwischen Ofen und Abscheider schalten kann, da dies zu Verstopfungen des Regeneratorrückwege führt. Der Abscheider müßte also besser wie bisher als normaler Heizabscheider gefahren werden.

Mit einer Kammer (36 cbm Reaktionsraum) können im Jahr etwa 80 000 to Elektrodenkoks und 57 000 to Heizöl neben 20 000 to Mittelöl und 14 000 to Autobenzin hergestellt werden. Als weitere Anlagen neben der normalen Kammer sind nötig: Filtration, Druckschwelung und Nachverkokung. Die gesamten Anlagekosten ohne Nebenanlagen, Energie und Wasserstoffherzeugung betragen 23 Mill. RM gegen 19 Mill. RM entsprechender Anlagekosten einer Kammer für die Produktion von 60 000 to Heizöl und 60 000 to Benzin und Mittelöl. Hierbei stellen sich unter Zugrundelegung eines Heizölpreises von 160 RM je to die Kosten für den Elektrodenkoks auf rund 115 RM je to. Der Eisenbedarf für die Elektrodenkoksherstellung ist rund 20 000 to.

1) Man wird evtl. mit höherer Gasmenge fahren, was nach Versuchen im 10-Ltr.-Ofen ohne erheblichen Nachteil für die Filtration ist.

2) Selbstkostenpreis ohne Zuschläge



Eine solche Anlage könnte erstellt werden in:

- 1) Ludwigshafen; Bauzeit etwa 2 Jahre
- 2) Frankenthal; Bauzeit etwa 2 1/2 Jahre
- 3) im Seargebiet in der Nähe einer Kokerei; Bauzeit 2 1/2 Jahre
- 4) in Oberschlesien (Blechhammer); Bauzeit 2 Jahre
- 5) im Ruhrgebiet; Bauzeit 2 Jahre.

Überall ist angenommen, daß Wasserstoff und Energie geliefert wird. 1)

Als günstigste Kohle hat sich die schlesische gezeigt.  
Der Kohlebedarf für eine Kammer beträgt etwa 280 000 to im Jahr.

gez. v. Hartmann

Zusammengestellt auf Grund einer Besprechung der Herren  
O.I. Raichle, Dr. v. Hochstetter, Dr. Pfirrmann, Dr. Süßenguth,  
Dr. Hupfer, Dr. v. Hartmann.

1) Anlagekosten für 17 000 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub> a 8 Mill.

20 to Hochdruck  
40 to Niederdruck  
2500 to Wasser  
14500 KWh

Energie für H<sub>2</sub>:

16,5 to Niederdruck  
9 000 KWh  
1 550 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O

Der Kraftgasbedarf ist durch den Gasanfall neben  
Treibgas gedeckt.

Tabelle.

	I unter Zusatz von der Mittelölneu- bildung in Hoch- druck	II unter Ergänz- ung v. 5-8% Mittelöl in Hochdruck aus 3. Bitumen-Ver- schmelzung	III
Temperatur $^{\circ}$	475	475	470
Reinkohleercentage	0,7	0,9	0,95
Ergänzungsgas $m^3/kg$ RK	0,7	0,7 <sup>1)</sup>	1,5
Anreicherung (mit Mittelöl)	1:1	1:1	1:1,2
Kohle : Abschläm	1:0,5	1:0,5	1:0,5
Kontakt	1,2% $FeSO_4 \cdot 7aq$ aufgetr. 1,5% Natriumseife 0,3 $Na_2S$	ohne	1,2 %
Abbau (Anreibedöl)	93	89	92
Leistung (Benzin+Mittel- öl+Bitumen)	0,47	0,61	0,67
Ölgewinnverteilung			
* Benzin	5	1	7
* Mittelöl	6	5	13
* Bitumen	89	104	80
Vergärung (% C von verg. C v. RK)	6	3	8
* Asphalt u. Reinkohle	25	30	ca 30
Filtrationsleistung v. Anfall (100 kg)	220	300	170

- 1) Kann ohne wesentliche Beeinträchtigung der Filtrierbarkeit erhöht werden.
- 2) Bei der technisch anzuwendenden Dünnschichtfiltration ist mit einer Leistungsverbesserung von 30 - 50 % zu rechnen.

INDEX

33. Herstellung von Elektrolysen aus Kupfer-  
produkten und anderen Ausgangsmaterialien.  
Production of electrolysis from  
hydrolytic products and other raw ma-  
terials.

Page 33. 170 - 172

Herstellung von Elektrodenkoks aus Hydrierungsprodukten  
und anderen Ausgangsmaterialien.

Die Bitumenherstellung am Ende des Versuchs; in der Kammer 804 ergibt folgendes Bild:

Bei 300 atü und 440° wurden aus Oberschlesischer Kohle bei Leistung 0,3 und Abtau 85° eine Ausbeute von ca. 68 % der Feinkohle erzielt, davon etwa 64 % Bitumen und 4 % Bi + Mi, bei 700 atü und 475° war bei derselben Kohle bei 0,6 Leistung und 9,2 Abtau die Ausbeute 79 %, davon ebenfalls 64 % Bitumen und 15 % Bi + Mi.

Die Lothringer Wäldschachtelkohle ergab bei 700 atü etwas höhere Bitumenausbeute 70 % und nur 8 % Bi und Mi, während die ältere Ruhrkohle Auguste Viktoria nur 65 % Bitumen und 8 % Bi und Mi lieferte. Bei 300 atü konnte die Hydrierung in normalen Kapazitätsöfen ausgeführt werden, bei 700 atü war dies infolge Absetzens nicht mehr möglich; es mußten deshalb mehrere Öfen kleineren  $\varnothing$  hintereinandergeschaltet werden; da die Hauptreaktionswärme schon zu Anfang z.T. sogar in den Vorheizern auftritt, müssen die nachgeschalteten Öfen mit Zwischenvorheizern ausgerüstet werden. Für die Praxis ergibt sich daß man bei 300 atü normalen Öfen noch auskommt, bei 700 atü ist die Verwendung einer größeren Anzahl hintereinandergeschalteter Öfen zweckmäßig.

Die Filtration wurde in Kerzen- und in Dünnschichtfiltern ausgeführt; da letztere bei mindestens der gleichen Leistung nur 4-6 % der Filterzeit für die Hilfsoperationen benötigen gegenüber 50 - 60 % bei der Filterkerze, sind die Dünnschichtfilter sowohl in der Leistung wie durch die Einfachheit des Betriebes überlegen; die Filtratreinheit ist bei beiden Filtertypen dieselbe. Die Aschengehalte im Filtrat schwankten zwischen 0,000 und 0,04, der Aschengehalt des Fortgibbitumens betrug im Durchschnitt 0,1 % und bei Auguste Viktoria-Kohle lag der Aschengehalt bei 0,15 - 0,2 %.

Die Filterleistung betrug in Dünnschichtfilter bei 300 atü und Oberschlesischer Kohle etwa 240 - 280 kg Abschlämme je qm u. St., bei 700 atü 150 - 180 kg; bei Ruhr- und Lothringer Kohle fiel die Leistung bei 700 atü unter 100 kg ab, was aber wohl auf die nicht mehr einwandfrei arbeitende Kammer zurückzuführen ist, da zum Schluss auch mit Oberschlesischer Kohle nunmehr Leistungen von 60 kg erzielt werden konnten. Der Kieselgurverbrauch schwankte je nach Abnahme zwischen 0,2 und 1,5 % vom Abschlamme. An Stelle der Kieselgur wurde mit Ersatz Torf und Torfmischungen verwendet. Der Filterverlust betrug bei dem kleinen Filter ca. 1,5 %, bei dem 8 qm Größelfilter, das stärker undicht war, 1,0 - 1,6 %; im Großen wird man mit etwa 0,5 - 1 % rechnen müssen; da bei der Destillation und dem Schwelen des Filterrückstandes weitere Verluste entstehen, die insgesamt auf 2,5 % geschätzt werden müssen, wovon mindestens 1,5 - 2,0 % auf das Anreiböl entfallen, so muß die Hydrierung einen Ölüberschuß von mindestens 2 % liefern; bei 300 atü wäre das gerade erreicht, da ehe aber ein Teil des Öles in Form von Benzin herausgenommen werden muß, wäre



wäre etwa 1,0 - 1,5 % Cl aus dem Schwefel zu ergänzen; bei 70 atü verbleibt ein Überschus.

Die Destillation des Filtrates wurde in einer Vakuumblase durchgeführt; durch einen mehrtägigen Versuch in der Röhrenapparatur konnte gezeigt werden, das das Filtrat auch in Röhren einwandfrei abgetropft werden kann.

Die Verkokung des Bitumens geschieht am besten unter Druck; bei 30 atü hergestelltes Bitumen schäumt stärker als bei 70 atü erzeugtes; zur Erzielung dicker Zellenwände des Kokes ist auch bei 70 atü die Anwendung von Druck zweckmäßig, man kann aber mit 3 bis 4 atü auskommen; normal wird bei 8-12 atü und 475° verschwelt; hierbei wurden aus 30 atü Bitumen erhalten 25-30 % Destillatöl, 6-8 % Koks, 8-10% Gas und Verlust; bei 70 atü Bitumen ist der Anteil an Koks etwa 50 - 58 % und der Gas- und Clanteil entsprechend höher. Man kann auch das Filtrat selbst verkoken und erhält dabei meist etwas mehr Cl. Auf 10 Reinkohle werden folgende Asbesten erhalten:

Auf 10 Reinkohle	30 atü	70 atü	
Gas und Verlust	6,0 kg	7,0 kg	
Schwefel	18,0	21,0	
Koks ungeglüht	40,0	36,0	Aschengehalt
Koks geblüht	35,0	32,0	0,2 - 0,4 %
Verbleibender lüberbender Hydrieröl	17,0	31,0	

Durch Änderung der Schwelbedingungen kann die Koks und Clmenge variiert werden. Das erhaltene Schwefel enthält etwa 5-8 % Si 35 - 45 % Al - 325°; spez. Gewicht über 1,0, Stockpunkt 0 - 80 ist also direkt als Marinheizöl brauchbar. Da in beiden Fällen noch erheblicher Überschus vorhanden ist, könnten bei der Hydrierung die Durchsätze erhöht werden.

Als weitere Ausgangsmaterialien für die Kokerzeugung kommen Schweltee in Frage. Die Schwierigkeiten dabei liegen im Aschengehalt. Direkt verschwelte Teere liefern einen Koks-Aschengehalt über 0,5 %; auch durch Filtration läst sich bei den meisten Teeren die Asche nicht wesentlich unter 0,6 % senken, da ein Teil der Asche in gelöster Form als Prenolat oder huminsaures Salz vorliegt. Durch geringe Zusätze von Absorptions- und Fällungsmitteln wird der Aschengehalt meist befriedigend erniedrigt. Folgende Teere wurden auf Koks verarbeitet bei 25,5 MV und 8 atü.

Ausgangsmaterial	Schwelkoks	Aschengehalt	Schweißöl	Gas + Verlust
Schleswig-Feer- filter	28	0,5	62	10
Spülgasteer Lurgi aus Oberschles. Kohle filtriert	26,5	0,46	60,5	11,0
Brücker Feer filtriert	23,2	0,3	62,8	14,0

Die Feere erhielten 1 % Zusatz an Kalk zur Fällung der gelösten Feinverbindungen.

Propanasphalt stand nur in geringer Menge zur Verfügung, er schäumt noch stärker als Primäritumen und liefert voraussichtlich soviel Schweißöl als ein Schwelteer. Die Verkokung muß daher unter Druck vorgenommen werden. Da die Asphaltprobe schon 0,65 % Asche enthält, so läßt sich ein aschenarmer Koks damit nicht erzielen. Es muß also eine Filtration vorgeschaltet werden; da ein Auflösen des gefällten Asphaltes zwecks Filtration eine starke Verteuerung bringt, müßte die Filtration beim Rohöl bzw. vorgetropften Rohöl erfolgen.

Als weiteres Ausgangsmaterial ist Estnisches Schieferkonzentrat in Prüfung; das Filtrieröl der restlichen Asche von 18-20 % besteht noch Schwierigkeiten; die Glausbeute ist hoch über 60 %.

gez. Pfirrmann

34. *Microbacterium* *typhimurium* in 10 Ltr.-coul.  
extractive hydrolysis in 10 Ltr.  
furnace.

173 - 177

Extrahierende Hydrierung  
in 1 Ltr. Ter.

(Vorläufige Messergebnisse über die  
Bisher durchgeführten Versuche.)

Ausgehend von den bekannten und aus die 1 Ltr. - Filter technisch  
durchgeführten Versuchsbedingungen der Uble-Filtration wird die  
abhängigkeit der Filtrierbarkeit des auf dem Filter von der angewandten Verarbeitungstemperatur zu  
untersuchen. Die aus diesen Untersuchungen erzielten Ergebnisse  
führen zu der Aufstellung eines neuen Verfahrens, bei dem es sich  
als eine eigentümliche Filtration handelt und das mit Rücksicht hierauf  
als extrahierende Filtration bezeichnet wird.

In der nachfolgenden Tabelle ist eine Übersicht über alle in  
diesem Zusammenhang durchgeführten Versuche gegeben, in der eben der  
Versuchesbedingungen die für diese Verarbeitungsweise wichtigsten  
Versuchsergebnisse zusammengestellt sind. In dieser Tabelle sind die  
Versuche der besseren Übersicht halber nicht chronologisch auf-  
geführt, sondern nach dem Druck in zwei Hauptgruppen unterteilt und  
in der Reihenfolge steigender Temperatur folgend angeführt. Die Ver-  
suche bei gleicher Temperatur (unter gleichem Druck) sind  
ihrezeitlich wieder nach steigendem Durchsatz nebeneinander gestellt.  
Die beiden Versuche ohne Kontakt sind in einer besonderen Gruppe am  
Schluss aufgeführt. Zu dem in dieser Tabelle angeführten Filtrier-  
leistung ist festzustellen, dass es sich um Versuche der 10 kg-  
Filtration im Stempfilter handelt und die Filterleistungen bei  
einer technisch anzuwendenden Dünnschichtfiltration entsprechend  
höher liegen würden. Die in der Tabelle angeführten Werte stellen  
Mittelwerte aus den einzelnen Versuchsreihen dar, die natürlich  
wegen der betrieblichen Schwankungen der 10 kg-Filtration auf Grund  
der parallel durchgeführten 1 kg-Filtration und 100 g-Filtration um-  
gerechnet worden. Dem Orten konnte daher höchstens die Genauigkeit  
von 1 % an. In dem nachfolgenden sind diese Ergebnisse wie folgt zusammen-  
gefasst:

Die bisher als gültig angesehene Erfahrung, dass eine stärkere  
Aufhydrierung sich ungünstig auf die Filtrierbarkeit des Uble auswirkt,  
kann, wie diese Versuche zeigen, für den Bereich oberhalb  
der Uble-Bedingungen d.h. also für höheren Druck und höhere Tempera-  
tur nur noch als beschränkt gültig angesehen werden. Die Temperatur  
ist von bedeutendem Einfluss auf die Filtrierbarkeit und zwar ver-  
bessert sich die Filtrierbarkeit bei sonst gleichen Bedingungen  
merklich mit steigender Temperatur. Eine vereinfachte Kurven-  
tafel I. Wegen der oben angeführten Ungenauigkeit der Filtrations-  
werte kann auf Grund von 3 Punkten nur eine ungefähre Richtung der  
Funktion angegeben werden, zumal sicher scheint, dass der Temperatu-  
reinfluss als in erster Annäherung linear angesehen werden kann. Von  
den 3 Punkten, wie in der Tabelle bei 30 °C tatsächlich auf einer Geraden  
liegen, muss die Zufälligkeit angesehen werden. Von nicht so  
großen, aber deutlichem Einfluss ist der Druck. In ebenfalls die



Kurventafel I zeigt, verschlechtert eine Druckerhöhung die Filtrierbarkeit und zwar ziemlich gleichmäßig über das ganze in Frage kommende Temperaturgebiet. Von geringem und nicht einheitlichem Einfluß ist der Durchsatz, der (vgl. Kurventafel 2) eine Abhängigkeit der Filtrierbarkeit im Sinne einer Verschlechterung mit zunehmendem Durchsatz zeigt. Von nur geringem Einfluß sind die Gasmenge (vgl. Versuch 5 und 6), die Abschleimrückführung (vgl. Versuch 14 und 15) und die Qualität des Anreibesöls. Eine deutliche Verbesserung der Filtrierbarkeit bringt dagegen das Arbeiten ohne Kontakt mit sich, wie der Vergleich der Versuche 18 und 19 mit den Versuchen 16 und 17 zeigt. Die Mittelölneubildung nimmt naturgemäß wie auch bei der normalen Hydrierung mit steigender Temperatur sowohl wie mit steigendem Druck zu, dagegen mit steigendem Durchsatz, Verringerung der Gasmenge und Weglassen des Kontaktes ab.

Diese Zusammenhänge zeigen, daß für die Filtrierbarkeit des Anfallproduktes zwei gegenläufige Effekte wirksam sind. Eine nicht oder nur wenig spaltende Aufhydrierung der primären Abbauprodukte der Kohle ist entsprechend den oben erwähnten bisherigen Erfahrungen der Extraktion nachteilig für die Filtrierbarkeit. In dieser Richtung wirkt vor allem der Kontakt und höherer Druck. Spaltende Hydrierung bzw. die Spaltung als solche, wie sie durch höhere Temperatur und auch höhere Verweilzeit verursacht wird, wirkt sich dagegen günstig auf die Filtrierbarkeit aus. Die günstigste Verarbeitungswise stellt daher einen Kompromiß dar, bei dem - wie etwa der Versuch 19 zeigt - die Kohle unter hohem Druck bei hoher Temperatur und hohem Durchsatz ohne Kontakt verarbeitet wird. Bei dieser Fahrweise ist allerdings der Mittelölkreislauf nicht vollständig herzustellen. Es muß hier daher ein geringer Prozentsatz des Anreibesöls (Mittelöls) aus der Verkokung des Rückstandes (Elektrodenkohlerstellung) ergänzt werden. Legt man Wert auf diese Neubildung an Mittelöl, so muß man mit Kontakt und etwas geringeren Durchsatz arbeiten und eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit von ca. 30% in Kauf nehmen<sup>1)</sup>. Möglicherweise ließe sich dies auch mit einem nicht hydrierend, sondern vornehmlich spaltend wirkenden Kontakt ohne Verschlechterung der Filtrierbarkeit erreichen.

Die reine Extraktion unter den von Stinnes angewandten Bedingungen läßt sich im 10 Ltr.-Ofen, wie ein kürzlich unternommener Versuch bewiesen hat, nicht durchführen. Die Strömungsverhältnisse des 10 Ltr.-Ofens führen bei so geringen Durchsätzen ohne Gas und ohne Abschleimrückführung zum Absitzen und damit zum Ausfall des Ofens. Außerdem ist der relativ kurze Rührerofen auch chemisch für die Extraktion, die größere Verweilzeit bei möglichst geringer Vermischung der verschiedenen Reaktionszonen verlangt, nicht günstig. Jede Abweichung von den Bedingungen der reinen Extraktion in Richtung der Hydrierung, sei es durch Druckerhöhung, Wasserstoffzugabe, Kontaktzugabe oder Rückführung des anfallenden Extraktionsöls (Mittelöls), bedeutet eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit. Erst wenn man zu so scharfen Bedingungen gelangt, daß der Abbau der Kohle und die Spaltung der Abbauprodukte sehr weit fortschreitet und die ungünstige Wirkung der Aufhydrierung überwiegt, gelangt man wieder zu gut filtrierbaren Anfallprodukten. Der 5 - 10 - fache höhere Durchsatz, den die extrahierende Hydrierung anzuwenden gestattet, müßte die Kosten des höheren Druckes überkompensieren.

1) wie bei Versuch 13-15.

Tabelle I

Versuche bei 300 atm.

Vers. Nr	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Ofen	451	=	=	=	=	=	471	=	=
Datum	1.6. 4.6.	11.6. 19.6.	28.5. 28.6.	24.6. 28.6.	5.7.	13.8.	20./21.5.	6.9.	18.7. 5.8.
Bil. Nr	4 u 5	6 u 7	3 8 u 9	10	16	1 u 2	18	12 u 1	
Temp °C	403	421	425	435	454	454	425	425	454
Wink. Dr	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.5	0.8	0.5	0.5
Eing. gas m <sup>3</sup> /kg RH	0.6	0.6	0.7	0.6	0.7	0.4	0.9	0.4	0.7
Anreibung	1:0.8	1:1	1:0.8	1:1	1:1	1:1	1:0.8	1:1	1:1
Kohle Abschläm	1:0.5	1:0.3	1:0.5	1:0.3	1:0.5	1:0.3	1:0.5	1:0.3	1:0.3
Kontakt:	1.2% FeSO <sub>4</sub> 7 aq	=	=	=	=	=	1.2% FeSO <sub>4</sub> 7 aq	=	=
Abbau Bzl	42	55	55	70	73	70	51.5	67	63
Abbau Alr. Oel bzw. Tetra. Kre	74	79	76	86	83	87	76.6	83	81
Oelgewinn % Kohle	-	70	-	72	69	75	-	75	71
% Benzin	-	6(?)	-	2	6	2	-	1	3
% Mittelöel	-	0	-	0	0	0	-	0	0
% Rückstand	-	94	-	98	64	98	-	99	97
Leistung (Bil + Bit.)	-	0.26	-	0.26	0.26	0.35	-	0.36	0.3
Vergasung (% C v. C i. Pk.)	-	4	-	7	10	6	-	2	5
Anreibeoel- Bilanz	ca-18	ca-10	ca-10	ca-10	-8	-2	-12	-6	-5
% Asphalt a. Rk.	23	21	23.3	21	19	22	18.8	23	20
Filterlei- stung v. Anfall	richt	ca 30	"	90	170	180	nicht fil- trierbar	10	90

den 17.9 1942 v. Htm /Sw

Tabelle I

175

Versuche bei 600 atm.

6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
471	=	=	=	=	=	=	451	411	411	451	411	451	411
5.9	18.7 u 5.8	31.8	24.7	29.7	3.4	19.9	24.9	28.9	4.10	21.5	18.1	21.10	
18	12 u 15	17	13	14	3	3	4 u 5	8	8	9			
425	454	454	454	454	472	476	474	476	476	476	476	474	
0.8	0.5	0.5	0.5	0.6	0.7	0.6	0.7	0.7	0.8	0.9	0.8	0.9	
0.9	0.4	0.7	0.4	0.7	0.8	0.9	0.7	0.6	3.0	0.6	2.8	0.6	
1:0.8	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1	1:1.2	1:1	1:1.2	1:1	
1:0.5	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.3	1:0.5	1:0.5	1:1	1:0.5	1:1	1:0.5	1:0.5	
1.2% FeSO <sub>4</sub> 7 aq	"	"	"	"	"	1.2% FeSO <sub>4</sub> 7 aq	"	"	1.2% FeSO <sub>4</sub> 7 aq	1.2% FeSO <sub>4</sub> 7 aq	ohne	ohne	
						1.52 Bayer- masse					0.3% Na <sub>2</sub> S		
	51.5	67	69	83	75	74	89	91	85	84	90	76	75
	76.6	83	91	91	91	92	93	93	93	-	94	82	89
	-	75	71	75	73	75	73	64	70	64	71	58	68
	-	1	3	6	4	3	12	2	3	10	3	10	1
	-	0	0	3	1	4	4	9	8	7	17	0	0
	-	99	97	91	95	93	84	89	89	83	80	90	99
	0.36	0.35	0.36	0.42	0.54	0.47	0.47	0.47	0.47	0.50	0.66	0.45	0.64
	2	5	5	7	6	7	6	7	11	5	-	8	
	-6	-5	+3	+1	+4	+4	+9	+8	+7	+17(?)	-8	-2	
	18.8	23	20	31	30	33	16	23	31	14	25	14	31
icht fil- ierbar	10	90	100	90	80	220	220	210	250	180	190	340	



Werkstoff T

Temperatur-Einfluss

175

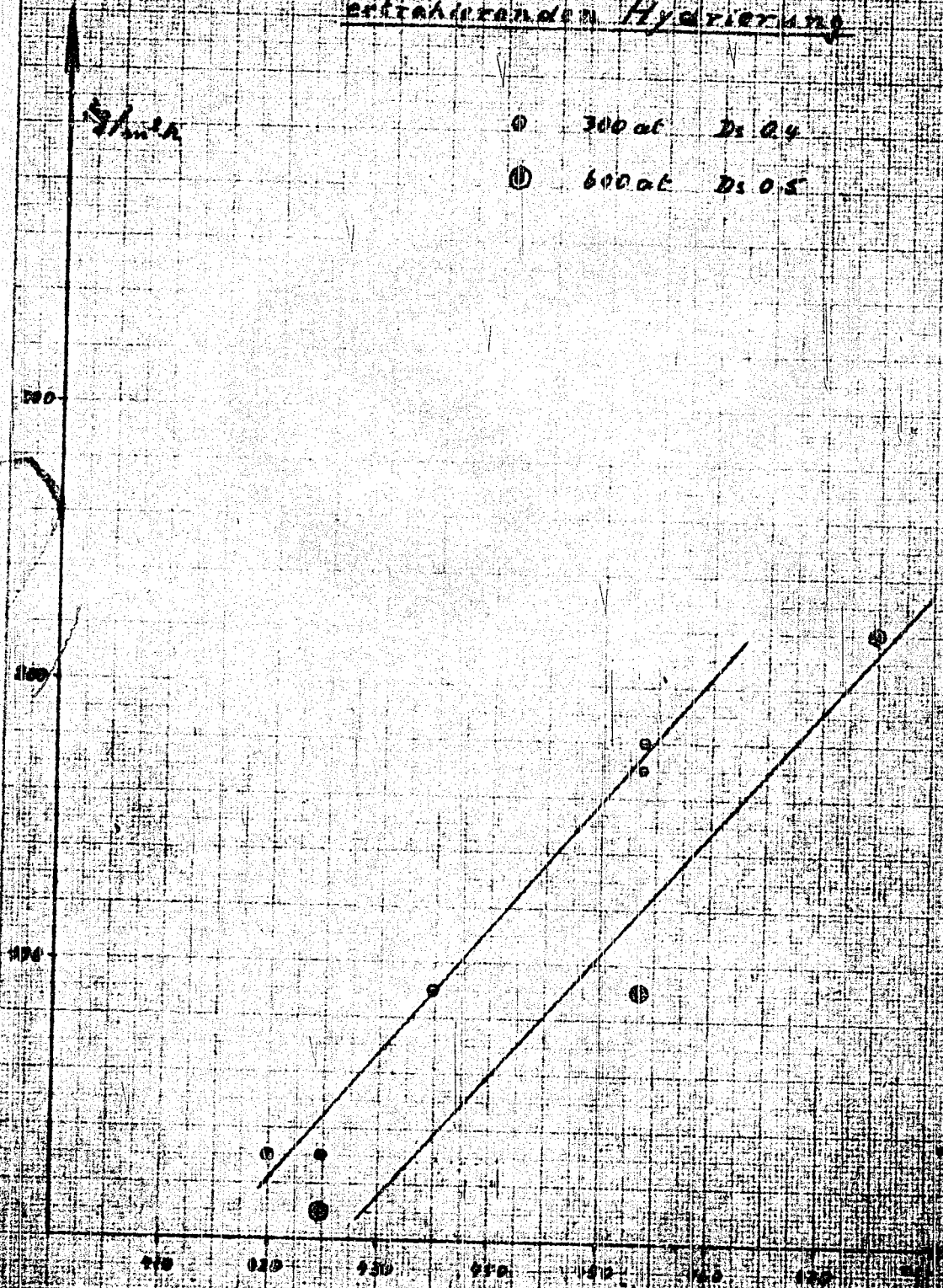
Filterleistung

bei 100°

erhaltenden Hydrierung

Stück

- ⊙ 300 at Ds 0.4
- ⊙ 600 at Ds 0.5



FarbenindustriAktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

306/11



Einfluss des Durchsatzes

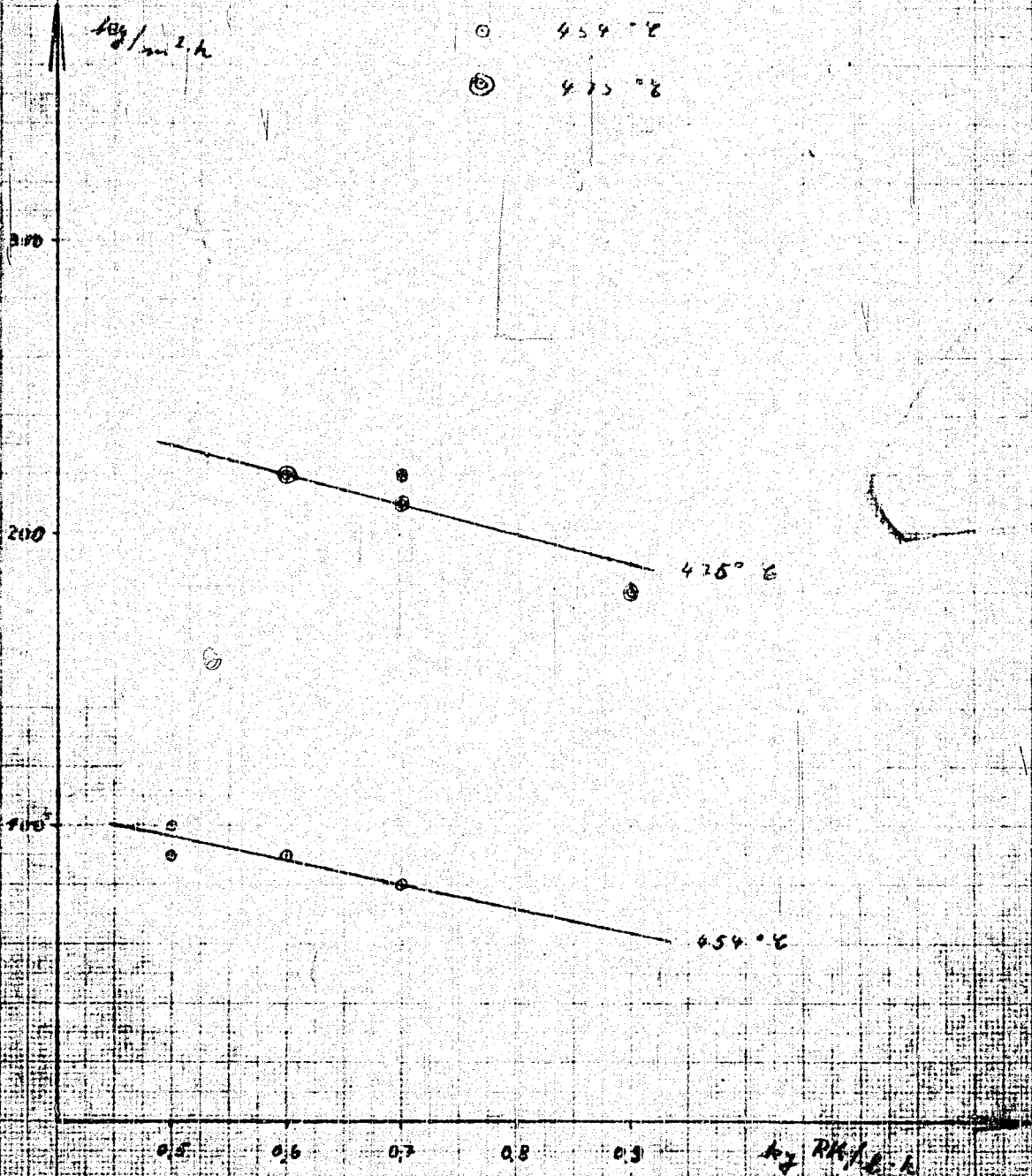
bei der

extrahierenden Hydroxylierung

Filterleistung

(600 at)

- 454 °C
- ⊙ 475 °C



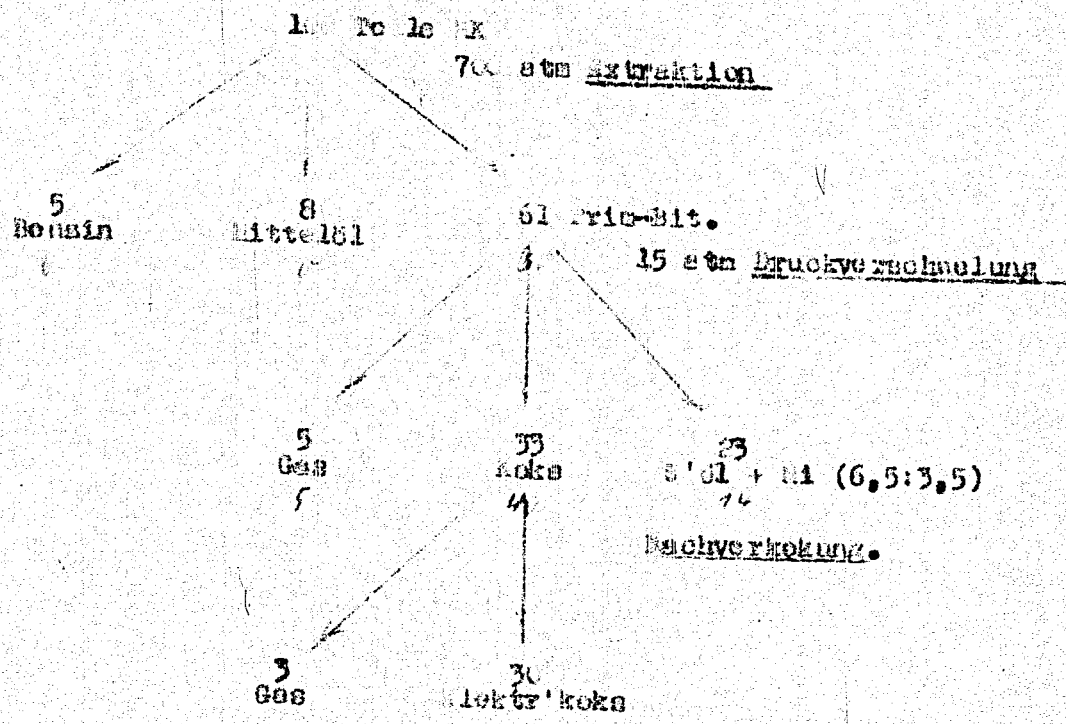
208911

3. Neurophysiologie der Hirnrinde.  
1891. 278

Hochdruckversuche u  
zu 550

2.7.1942. 0178

Elektrodenkoks über Primärbittern.



— = alte Kohle.

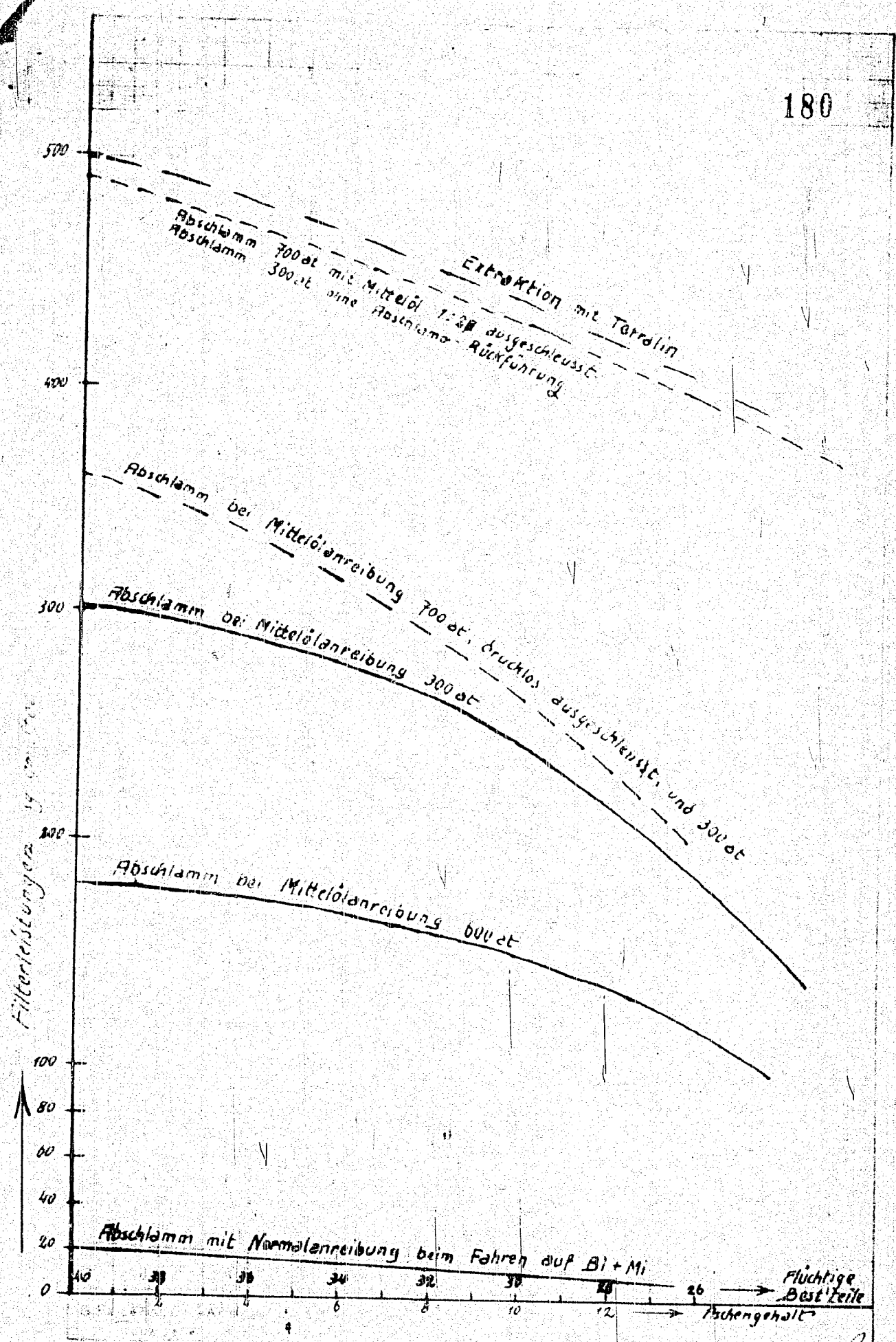
*Handwritten signature*

36. Petr. filtration des Abschlammes von Nummer  
504 bei 700 mm und 25 V mit Mittelöl an-  
reiben; Vergleich mit Kersefilter.  
Laborat. zur Filtration of hydrocarbon  
residues produced by 504 at 700 mmos heres  
and 25 V by dilution with middle oil.

Frage nos. 179 - 181







A.





TITLE PAGE

37. Filtration des Abschlammes der Kammer 804  
bei 700 atü und 25 lV mit Mittelolatreibung.  
Vergleich mit Kerzenfilter.  
Regarding the filtration of hydrogenation  
residues from Chamber 804 at 700 atmos-  
pheres and 25 lV by dilution with middle oil.

Frame Nos. 182 - 186



37

Filtration des Abschlammes der Kammer 804 bei 700 atü  
und 25 MV mit Mittelblanreibung.

Vergleich mit Kerzenfilter.

Über die Filtration von Abschlamm der Kammer 804 bei 300 atü,  
23,5 MV und 0,5 Durchsatz Oberschlesischer Kohle wurde am 23. II. 42  
berichtet und die Ergebnisse von 3 Filtern zusammengestellt.

- 1.) Kerzenfilter 0,2 qm.
- 2.) Spezial-Dorrfilter für Dünnschichtfiltration.
- 3.) Ein von uns auf Dünnschichtfiltration umgebautes Saugfilter.

Die mit den 3 Filtertypen erhaltenen Filtrationsergebnisse befriedigten in der Aschereinheit vollkommen, es wurde Bitumen mit 0,1 % Asche und meist darunter erzielt. Die Filterleistungen betragen beim Kerzenfilter mit Abschlamm, der bei der Prüfung im Prüfdruckfilter 1-3 Minuten benötigte, ca. 300-400 kg/qm und Stunde reiner Filterseit, was sich aber durch die Operationen des Öffnens, Kuchenabwerfens usw. auf etwa 120-200 kg verminderte. Beim Dorrfilter betragen die Leistungen mit Kieselgur als Filterschicht 150-200 kg/qm/ Stunde, bei schneller Abnahme, d.h. mehr als 1% Kieselgurverbrauch auch 200-300 kg; fast dasselbe wurde mit dem umgebauten Zellenfilter erreicht. Da aber zur Aufbringung der Schicht nur ca. 2 Stunden erforderlich sind, und eine Hilfsschicht 24 - 36 Stunden reicht, entfallen nur 6-8 % auf die Hilfsoperationen, d.h. das Filter arbeitet nahezu kontinuierlich, weshalb die Gesamtleistungen des Dünnschichtfilters das Kerzenfilter übertreffen.

Nachdem das umgebaute Schlichtermann & Kremer - Bauz - Saugfilter mit diskontinuierlicher Messerverstellung zufriedenstellend funktionierte, wurde eines der alten von Gröppel, Bocheum gelieferten Saugzellenfilter für die Dünnschichtfiltration mit Filterhilfe umgebaut. Das Filter besaß ca. 8 qm Filterfläche, aber nur einen sehr flachen Trog bei geringer Sintauchtiefe. Es mußte deshalb der Trog bis über die Filterachse erhöht werden, was bei der ungenauen Lagerung auf Rollen stets Undichtigkeiten an den Stopfbüchsen zur Folge hatte. Weiter mußte die Befestigung der Baspennung geändert werden, da das Filter ursprünglich mit Filtertuch ausgerüstet war. Nach Ausmerzung dieser Schwierigkeiten arbeitete das Filter zur Zufriedenheit; der gesamte anfallende Abschlamm konnte zum Schluß verarbeitet werden. Als Filterhilfe wurde ein Gemisch von rund 3,2 Teilen Kieselgur und 0,8 Teilen Torf verwendet; andere Materialien haben sich nicht bewährt, da schon der Aufbau der Filterschicht Schwierigkeit bereitet. Koostorf hat eine ähnliche Oberfläche wie Kieselgur, die bekanntlich aus Kieselshalen besteht, die von einem Kreis feiner Kieselkorn umgeben sind, wodurch eine besonders poröse Unterlage entsteht. Der großoberflächige Koostorf ist grober gebaut und hat vor allen den Nachteil, nicht standfest zu sein, er sackt in der Hitze zusammen und kann deshalb allein nicht verwendet werden.

*Handwritten signature or initials*

In einzelnen wurde mit dem umgebauten 8. Filter insgesamt in der kurzen Betriebsperiode, die noch zur Verfügung stand, folgender Durchsatz erzielt:

Verarbeiteter Abschläm	81 873 kg	
<u>Verdampfungsgut</u>	5 500 kg	
vom Aufbringen der Filterhilfe stützend		
Filterhilfe Torf + Kieselgur	1 100 kg	= 1,15 % davon Kieselgut allein 1 025 kg
Ges. verarbeitet 88 473 kg		
Erhalten wurde		
Filtrat	= 72 501 kg	= 82,1%
Filtrerrückstand	= 12 500 kg	= 14,1%
Verlust	= 3 472 kg	= 3,8%

Der Filterkuchen ergab im Mittel noch 35,0 % Schwefel beim Abschweifen in der Fischerretorte gegen 30,5 % beim Kerzenfilterrückstand; ersterer enthält also kaum mehr Cl als letzterer. Das aus den Filtraten erhaltene Bitumen schwankte im Aschengehalt zwischen 0,09 und 1,1 %, nachdem die Apparatur gründlich gespült war; selbst das kurze Zeit in der Röhrenapparatur abgetropfte und wassergranulierte Produkt enthielt nur 0,21 % Asche, obwohl die Apparatur nicht besonders gereinigt worden war. Das Filter arbeitete also hinsichtlich der Filtratreinheit durchaus befriedigend.

Die Filterleistungen dieser Periode können nicht ohne weiteres mit dem zu Anfang der Versuche bei 300 atü erzielten Resultaten verglichen werden, da der Abschläm bei stärkeren Schwankungen im Durchschnitt, gemessen im Krüfffilter, etwa eine 3-mal so lange Filterzeit besaß, etwa 6-9 Minuten gegen 1-3 Minuten. Diese Verschlechterung der Filterzeit des Abschläms trat besonders bei Saar- und Mührkohle auf, aber auch bei der Oberschlesischen Kohle war eine Verschlechterung festzustellen, die zum Teil auf die ungünstigere Temperaturverteilung in den 4 Ofen zurückzuführen war; der 3. und 4. Ofen konnte nicht auf derselben Temperatur gehalten werden wie die Ofen 1 und 2, in denen der Hauptumsatz erfolgt und daher eine stärkere Reaktionswärme auftrat; erfahrungsgemäß ist es richtiger, wenn die Temperatur gegen das Ende des Reaktionsystems hinsteigt, sodaß auch im letzten Ofen trotz abfallender  $H_2$ -Konzentration noch ein genügender Umsatz stattfinden kann.

Zur Ausgleich dieser verschlechterten Filterleistung wurde einmal die Filtrationstemperatur von 130-140° auf 180° erhöht, wodurch die Leistung auf 100-120 kg anstieg, dies wurde ermöglicht durch verstärkte Kühlung der zur Vakuumpumpe führenden Leitungen, wodurch das verdampfte Cl besser kondensiert und wieder gewonnen werden konnte. Ferner wurde durch verstärktes Abschneiden des Kuchens, d.h. durch erhöhten Verbrauch an Filterhilfe eine weitere Steigerung auf 150-180 kg/qa und Stunde erzielt, wodurch die frühere Leistung bei Abschläm der Kohle bei 300 atü nahezu wieder erreicht war. Weiter konnte durch Anwendung einer dickeren Hilfsschicht die Fahr-



periode von 36 Stunden auf 60 Stunden ausgedehnt werden, sodas für die etwa 3 Stunden dauernde Spülung und Neuaufbringung der Filterschicht nur noch 5 % der Gesamtfilterzeit aufzuwenden war. In den erlösen der normalen Kuchenabnahme fiel daher der Filterhilfsverbrauch auf 0,3 - 0,4 % vom durchgesetzten Abschlam zurück.

Vergleich mit Kerzenfilter.

In der Kerzenfilter wurde der gleiche Abschlam bei der gleichen Temperatur gefahren, die Leistungen betrugen am Anfang bei unverändertem Abschlam - 220 kg, bei 1:0,25 verdünntem Abschlam stiegen die Leistungen kurze Zeit auf etwa 300 kg an, auf die Gesamtfilter sind dies rund 120 kg. Diese Leistungen konnten aber nur etwa 1 Tage gehalten werden, dann fiel die Filterzeit stärker ab und zwar nach 10 Tagen auf 60 kg, d.h. den 5. Teil gesunken; nach 18 Tagen mußten die Steine ausgewechselt werden, nachdem also je qm und Stunde rund 26 000 kg durchgeseigt waren; da ein Filterstein 360 g wiegt und ca. 85 Stück auf 1 qm kommen, sind rund 0,15 % des Abschlammes an Filtersteinen verbraucht worden, also gewichtsmäßig wäre der Filtersteinverbrauch bei abfallender Leistung etwas günstiger. Bei Aufrechterhalten der Anfangsleistung, was beim Dünnschichtfilter der Fall ist, wird auch der Filtersteinverbrauch gewichtsmäßig gleich groß wie der Filterhilfsverbrauch beim Dünnschichtfilter. Preismäßig dagegen ist der Filterstein viel ungünstiger. 1 qm Filterstein kostet ohne Montage und Bindung rund 90 M. incl. etwa 100 M.; die Filterhilfe für 1 qm Dünnschichtfilter dagegen kostet nur 3,50 - 4.- M., d.h. man erhält für den Preis von 1 qm Filtersteine eine Filterhilfsmenge für ca. 26 qm. Diese große Überlegenheit könnte nur dann ausgeglichen werden, wenn es gelänge, die Filtersteine zu regenerieren, was bis jetzt nicht möglich ist, andererseits können die Kosten der Filterhilfschicht durch Verwendung anderer Materialien voraussichtlich noch gesenkt werden. Da das Dünnschichtfilter in seiner jetzigen Form als Vakuumfilter nahezu voll kontinuierlich arbeitet, fast keine Bedienung braucht und sehr einfach und betriebssicher ist und mindestens dieselben Leistungen erzielt, während das auch weitgehend mechanisierte Kerzendruckfilter ein sehr komplizierter und teurer Apparat ist, der wesentlich höhere Betriebskosten benötigt, fällt der Vergleich vollkommen zu Gunsten des Dünnschichtfilters aus.

Die Entwicklung des Dünnschichtfilters ist nicht abgeschlossen, beim Übergang zum Druckfilter sind dieselben Fortschritte zu machen, die das Kerzenfilter als Druckfilter besitzt, vor allem die Verwendung höherer Temperaturen, die bei Vakuum durch die Verdampfungstemperatur begrenzt ist. Drucksteigerung allein über einen bestimmten Betrag hinaus bringt keine merkbare Verbesserung mehr, da die Porosität der locker liegenden Hilfsschicht verringert wird. Die bis jetzt mit dem in einem Druckkessel eingebauten Vakuumfilter von 0,2 qm erzielten Fortschritte sind unbedeutend gewesen; die Ursache ist darin zu erblicken, daß der für Vakuum gebaute Steuerkopf gegen Druck nicht dicht zu halten ist und dauernd abbläst; es muß also ein Umbau erfolgen, bevor weitere Versuche durchführbar sind.

Große Fortschritte dagegen sind von der schonenden Ausbringung des Abschlammes aus dem Hochdruckraum zu erwarten, besonders bei hohen Drucken. Bei gut filtrierendem Abschlam wird etwa eine Verdoppelung der Filterleistung erreicht, bei schlechter filtrierendem Abschlam sogar eine Verdreifachung. Das bedeutet bei Filtersteinen

eine längere Lebensdauer, beim Dünnschichtfilter eine Verringerung des Verbrauches an Filterhilfe. Bei einer künftigen Planung müssen für das schonende Herausheben des Abschlaumes aus dem Hochdruckabstreifer besondere Maßnahmen vorgesehen werden.

gez. Pfirrmann



Betrifft Untersuchung von Elektrodenkoks.

Frl. Dr. Hering

Am 22.10.1941 haben wir die Probe Elektrodenkoks 470/22/23 an den V.f.B.-I., Essen zur Untersuchung geschickt; die gleiche Probe war auch nach Bitterfeld und Grissheim gegangen. Von Grissheim liegt jetzt auch ein Bericht noch nicht vor. Aus Essen haben wir jetzt das Untersuchungsergebnis erhalten, das in nachfolgender Tabelle mit dem Ergebnis von Bitterfeld und Lu in Vergleich gesetzt ist.

	Grissheim	Bitterfeld	Essen	Lu	
Asche	0,32	0,20	0,21	0,15	
H <sub>2</sub> O	---	0,06	0,20	0,1	
Flüchtiges	0,28	0,14	1,4	0,61	(Soll 0,5)
Elektrischer Widerstand	500,3 Ohm	1295 $\Omega$	695 $\Omega$	110	(Soll 1000 $\Omega$ )

Übrigen Zahlen sind nicht vergleichbar, da die Methoden zu verschieden sind. Statt Bestimmung des Korngrößenanfalls beim Mahlen, der bei Bitterfeld 51 % 0,75 - 0,25 mm und 23,9 % von 0,25 - 0,075 mm betrug, wendet Essen die Abriebfestigkeit nach der Trommelmethode an und findet 67,2 % über 10 mm und 25,9 unter 1 mm. Man schließt daraus, daß der Feinanteil etwas höher liegt als beim Pechkoks, was Bitterfeld bestätigt.

Bingehender ist in Essen der Koks mikroskopisch geprüft worden und in Vergleich gesetzt zu Pechkoks. Während Bitterfeld die sogenannte wahre Dichte, d.h. das spez. Gewicht des Kokspulvers bestimmter Korngröße zu Grunde legt und dafür einen Wert von 1,875 gefunden hat, versteht Essen unter Dichtigkeit das Verhältnis zwischen Zellwänden: Poren im nicht verkleinerten Koks und findet dafür den Wert 1,11, also besser als Pechkoks mit 0,94, während Bitterfeld ein umgekehrtes Wertverhältnis der wahren Dichte feststellte; auch die Werte für die mittlere Porigkeit mit 36,2 bzw. mittlere Zelligkeit mit 28,0 liegen besser bzw. ähneln weitgehend denjenigen von Pechkoks mit 28,0 bzw. 21,3, d.h. beide Koksorten werden als äußerst grobzellig bzw. grobporig bezeichnet. Der Koks wird also in allen Teilen als sehr brauchbar betrachtet, bis auf den Gehalt an Flüchtigen, der aber nach der Methode Bitterfeld mit 0,1 % gut liegt. Die Graphitierung wird als sehr kräftig bezeichnet.

Bemerkenswert ist noch der Hinweis auf die Struktur des Reinstkokes aus Fettkohle, der überhaupt keine Zellwände über 0,5 mm aufweist, während die schwächeren und schwächsten Zellwände bis 0,2 mm 25-35 % ausmachen, also 10 mal soviel wie bei vorliegender Pitumenkoksprobe. Da die direkte Kohlenentwaschung als die Zukunftslösung betrachtet wird, muß der Schluß gezogen werden, daß entweder die Feinstruktur des Kokes in Zukunft nicht von ausschlaggebender Bedeutung ist, oder aber daß der Kohle vor der Verkokung genügend Pech zugeschlagen wird, um diese Werte wieder zu verbessern; es ist aber kaum möglich, mit dem Mischkoks dieselbe Struktur wieder zu erreichen, wie sie der Pechkoks allein zeigt.

gez. Pfirrmann

206-2

ANODE MATERIAL  
38. Anodenmaterial für Gleichrichter.  
Anode materials for rectifiers.

Frame nos. 187 - 188

V

Anoden-Material für GleichrichterForschung der Gleichrichterfabrik in Langenrathen (HBC)27.5.42

Die Anoden haben einen Durchmesser von ca. 20 cm und eine Höhe von ca. 12 cm; sie sind in zwei zusammenschraubbaren Teilen gearbeitet, die an den metallischen Leiter geschraubt werden; sie sitzen auf einem starken Porzellanbogen. In jedem Gleichrichter sind 12 derartige Anoden, von denen sich je ein Gitter aus Graphitmaterial und eines aus Eisen zu Abschirmungszwecken befindet. Die einseitigen in einem solchen Gleichrichter verwendeten Materialien sind Eisen (Gehäuse), Porzellan (Isolation), Graphit (Anoden) und Quecksilber (Kathode). Jede sogenannte Rückzündung (die stets von Anode zu Anode größte Spannungsdifferenz erfolgt) entspricht etwa einem Kurzschluss und zwingt zur Ausschaltung des Gleichrichters; der danach zwar meist wieder unbeschadet in Betrieb genommen werden kann. Doch können solche Ausfälle abgesehen von den beträchtlichen Energieverlusten auch oft unangenehme Folgen haben. Wird ein solcher Gleichrichter, der Gitter rückgezündet hat, dann auseinandergenommen, so finden sich an der ursprünglich fest metallisch glänzenden Oberfläche der Anoden aufgeraute Flächen oder richtige kleine kraterartige Gebilde von mehreren Zehntelmillimetern Tiefe.

Die Anoden werden B.B.C. fertig geliefert und bestehen, wie wir feststellen konnten, aus einem ausgerechneten durchgraphitierten Material mit 0,3 bis 0,3 % Asche, die sich in der Hauptsache aus Si und Fe zusammensetzt. Lieferfirmen sind Konrad und Stenung. In letzter Zeit ist B.B.C. auch mit Schunk & Ibe in Verbindung getreten, die Ihnen probeweise ein ausgezeichnetes Material geliefert haben.

Über die Herstellungsart der Anoden wussten die Herren nichts Genaueres. Ich konnte nur erfahren, dass von den Firmen angeblich 3 Wochen zur Herstellung des amorphen Materials (unter Druck bei 1000°C) benötigt werden, das dann 1 Woche bei 3000°C (?) graphitiert wird.

Man glaubt nun (wie bereits mitgeteilt) in der Alkalität der Anoden das Hauptmerkmal für die schlechte Eignung gefunden zu haben und ist dazu übergegangen, die fertig angelieferten Anoden einem Ausglühprozess bei 1500-2000°C zu unterwerfen. Diese Behandlung hat zu einer merklichen Verminderung, kann auch nicht vollständigen Beseitigung der Störungen geführt. Sie ist aber naturgemäss kostspielig. Sie wird in einem Ofen vorgenommen von etwa 2 m Länge, der aus einem Graphitrohr besteht, in dem sich die Anodenkörper befinden und der als Stromführung bzw. Widerstand dient, um die notwendige Temperatur zu erzielen. Das ganze Rohr steht wieder in einem weiteren Graphitrohr, das als Wärmeschutz dient und dieses wiederum in einem längeren Eisenrohr, das wassergekühlt wird und oben und unten vollständig verschlossen ist. Die Dauer dieser Hochtemperaturbehandlung beträgt ca. 10 - 14 Std., sodass mit Aufheizen, Abkühlen und Ausheizen eine Charge ca. 1 1/2 bis 2 Tage in Anspruch nimmt.



Die so behandelten Anoden zeigen (mit Phenolphthalein-Papier) keine alkalische Reaktion mehr. Sie werden nun in den Gleichrichter eingebaut. Dieser wird durch eine hineingestellte Heizung unter Vakuum ausgeheizt (ca. 70 - 80°), dann wird er wieder kurz geöffnet, die Heizung entfernt und Quecksilber eingefüllt. Nun werden die Anoden durch vorsichtige Inbetriebnahme unter langsam gesteigerter Spannung "formiert". Hierbei findet eine vom Anodenmaterial abhängige Gasentwicklung statt. Die "Formierung" dauert jeweils 3 Tage und wird dreimal vorgenommen. Nach den ersten beiden Formierungen wird der Gleichrichter geöffnet und auf sein Aussehen geprüft. Nach der dritten Formierung ist er betriebsfertig.

Bei der Öffnung des Gleichrichters nach den ersten beiden Formierungen gibt nun das Aussehen der Anoden einen ersten Anhaltspunkt für ihr Verhalten. In ungünstigen Fällen sind die Oberflächen stark angegriffen, aufgeraut oder fleckig. Manchmal finden sich sogar kleine bis zu mehreren Zentimetern tiefe Krater darauf. Ausserdem finden sich an den Eisenflächen des Gleichrichters manchmal mit dünnen, dunklen Schichten überzogene Stellen. In günstigen Fällen (dies war leider der Fall bei einem in meiner Gegenwart vorgenommenen Ausbau) sind die Oberflächen sowohl der Anoden wie der Eisenteile unverändert.

Bei jeder Formierung findet sich auf dem Boden des Gleichrichters rings um das Kathodenbecken ein schwarzer, stark mit Quecksilber vermischter Niederschlag feinsten Verteilung, der sich mit einfachen Mitteln von dem Quecksilber nicht trennen und daher bislang nicht genauer analysieren liess.

Es wurde besprochen, dass die Hochdruckversuche zunächst die Bearbeitung folgender Fragen in Angriff nehmen werden:

- 1) Genauste analytische Untersuchung der Anodenmaterialien verschiedener Herkunft und Behandlung;
- 2) Versuch der Anwendung physikalischer Prüfmethoden mit dem Ziel der Feststellung eventueller struktureller Unterschiede der Materialien;
- 3) Die Herstellung eines weichereren Ausgangsmaterials für die Anodenherstellung mit dem Ziel, die Frage zu klären, ob der Aschegehalt, wie zunächst vermutet werden muss, von erheblichem Einfluss ist;
- 4) Qualitative und quantitative Untersuchung des nach den Formierungen im Gleichrichter erhaltenen Niederschlages.

Für die Herstellung der Anoden aus dem von uns zu stellenden Material wird Schunk & Ebe, Glessen, vorgeschlagen und eine Besprechung mit dieser Firma wegen der Art und Menge des zu liefernden Rohmaterials sowie über die Art der Behandlung desselben in Aussicht genommen.

gez. v. Hartmann.



INDEX

39. Besprechung bei Schunk & Ebe. Geisen  
über Herstellung von Anoden für Gleichrichter.  
Anode materials for rectifiers.

Frage nos. 189 - 190

Hochschulkonferenz  
am 5/6

18. Juni 1942 v. Htn/Lc.

39

Beschreibung bei Schunk & Ebe, Gießen,  
über die Herstellung von Anoden für Gleichrichter  
am 1. u. 6. 1942.

Anwesende Herr	Dr.	Schmidt	
"	Dr.	Mitsch	
"	Dr.	Stockmayer	
"	Dr.	Schlißhake	Schunk & Ebe
"	Dipl. Ing.	Wallenfels	
"		Krauss	
"		Diets	
"	Obering.-Baungspranger		
"	"	Meier	HBO.
"	Dipl. Ing.	zur Niedern	(Lampenfabrik)
"	Hr.	Pfarrmann	
"	Dr.	v. Hartmann	I. G. L.

Zunächst wurden die Herren von HBO. mit wenigen Worten den Zweck der Besprechung. Dann gab Herr Dr. Stockmayer eine zusammenfassende Darstellung des Fabrikationsganges.

Die Herstellung des Anodenmaterials geht von Retortenkohle oder Petrolkoks aus (Aschengehalt 0,6 bis 1%). Als Bindemittel dient Pech verschiedener Qualität mit ca. 0,4% Asche - manchmal auch Feinpech. Der Koks wird auf eine bestimmte Korngröße gemahlen und bei Temperaturen bis zu 200°C mit Bindemittel gemischt. Dieses bis zu 13% Bindemittel enthaltende Mischung wird nun nach der Rekalkung pulverisiert. Dann folgt der Pressvorgang, der trocken und kalt im Stückpressen vorgenommen wird. (Strangpressen haben sich für diesen Zweck nicht bewährt.) Die untere Grenze des angewandten Zwickens ist 1000 at. Das Pressen muss besonders sorgfältig erfolgen; die Länge der Pressstücke ist begrenzt, da der Druck nur Mitte hin durch die aufrotierenden Scherkräfte abnimmt. Die Pressstücke werden in Ringformen eingesackt in einem Koksenofen, bei ca. 1400°C geglättet. Dieser Glühprozess nimmt im Ganzen etwa 3 Wochen in Anspruch. Es folgt dann der Graphitisierungsprozess, der im elektrischen Widerstandsofen durchgeführt wird. Das Material wird hier, in Kohlepulver eingeschichtet, mittels Stromheizung auf > 2000°C erhitzt. Die strukturelle Umwandlung, die das Material hierbei erleidet, wirkt sich in besonderem Maße in der resultierenden Behandlung der Formleitfähigkeit aus. Das Material geht nun zur Beendigung der mechanischen Bearbeitung über.

In Anschluss an diese Ausführungen über den Fabrikationsgang wurde die Verfestigung, die das Material hierbei erleidet, in verschiedenen Richtungen erörtert. Wie bereits erwähnt, lässt sich die Verfestigung nicht, bei der Graphitisierung vermindert er sich in der Mitte. Die Leichtigkeit in der Verfestigung stimmt mit der Verfestigung ab. Auf diese Frage von Dr. Pf. rmann teilten die Herren mit, dass sie nur deutliche Unterschiede in Abhängigkeit vom Ausgangsmaterial erkennen, die in Mikrobild (Schliffbild) erkennbar sind.

204/11

12-2

Es wurde dann die in Leipzig durchgeführte Nachprüfung durchgeführt, bei welcher, wobei insbesondere auf die chemische Zusammensetzung hingewiesen wurde, die das Material hierbei enthält, obwohl die Nachprüfung nur bei 1500°C - allerdings im Hochvakuum - erfolgt ist. In der von Ihnen vorgelegten Erklärung die Herren von B.B. sind die die chemische Zusammensetzung des in Frage stehenden Materials und führen die Gr-Be beim die Vermeidung des die darauf hinweisen, dass im der Hauptsache das Anodenmaterial verantwortlich zu machen ist.

In Anschluss an diese Erörterungen wurde die Möglichkeit besprochen, ein etwas besseres Material aus von den Hochdruckversuchen zu erhalten. Ausgesprochen ist zu liefern. Hierbei wurde festgestellt, dass für eine vollständige Prüfung eines neuen Materials etwa 500 kg Anodenmaterial (in Form + Bindemittel) benötigt werden. Hierfür sind nach Rücksprache mit Dr. Pflüger die normalen in Leipzig hergestellten Geräte zu beschaffen zu liefern. Für Spezialversuche in Hochvakuum sind für die Herstellung von 50 kg eines etwas besseren Materials zur Verfügung gestellt werden. Außerdem soll Schmidt & Söhne als Lieferant für 200 kg Bindemittel erhalten, um möglichst die Vermeidung dieses Bindemittels mit dem bekannten Ausgangsmaterial zu prüfen.

In Anschluss an die Besprechung folgte eine Führung durch die Werke, die einen ausgezeichneten Eindruck macht. Sie beschließt sich eine 90 Arbeiter und die Produktion umfasst eine Reihe wichtiger Artikel, wie Hochdruck, Elektroden für Radio-Röhren, Übertragungsgeräte für Auto-Kapillaren, poröse Layer etc. Besonders erwähnenswert ist eine große Werkhalle, in der das Material auf Dichtmaschinen, Schmelzmaschinen und Sägen bearbeitet wird und die durch sorgfältige Absaugung an allen Bearbeitungsstellen völlig staubfrei gehalten ist.

gez. v. Hartmann  
gez. Pflüger





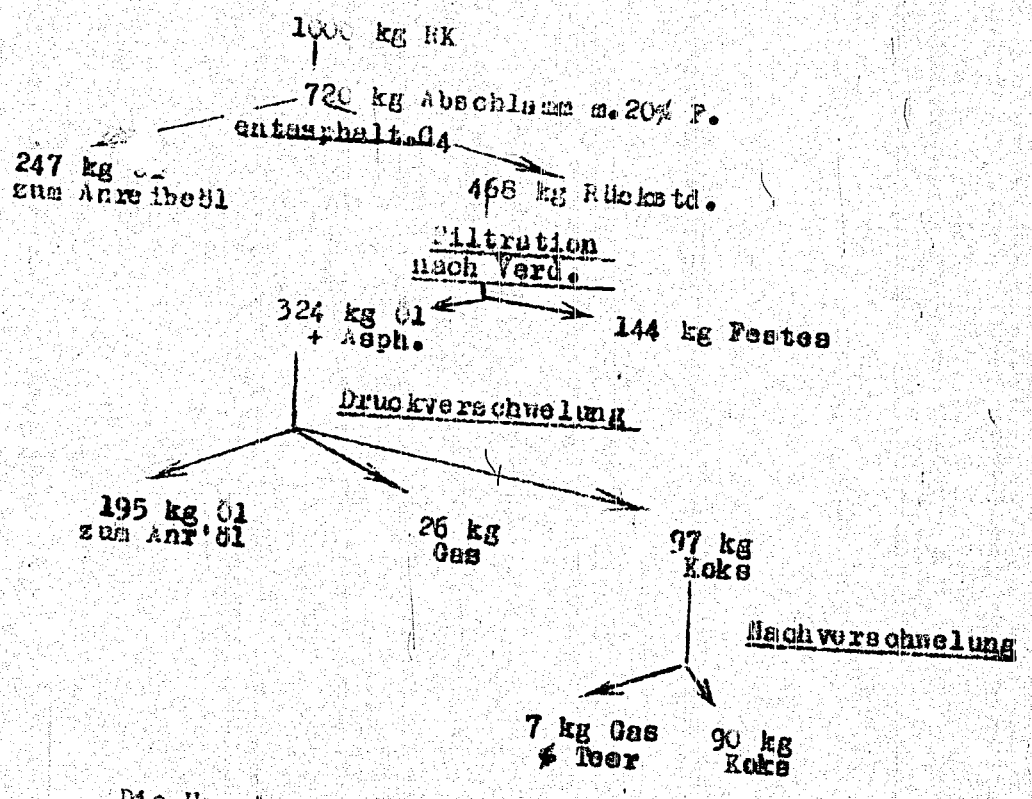


13.6.1942. Sch. 4

Zur Kostenschätzung:

s-Bi + Mi + Elektrodenkoks.

Als Vergleich zur Rechnung vom 2.6.1942 für Heizöl-Elektrodenkoks bzw. der Rechnungen für St.k.S-Ph.-Ulgewinn vom 20.5.1942 ist im Folgenden die Gewinnung von Elektrodenkoks aus St.k.S-Ph.-abschlamm durch Entasphaltierung, Filtration des verd. Rückstandes, Druckverschmelzung der asphalthaltigen Filtrate und Nachverkokung des noch gashaltigen Koks geschätzt. Die Aufarbeitung und Ausbeute sind folgende (schematisiert):



Die Hauptmenge des Anreibesls ist Abstr.-S'öl. Die Rückführung von festfreiem Anr'öl ~~es~~ werden, um die nötigen Asphalte dem Brei zuzuführen, 0,1 Teile Abschlamm auf RK zurückgeführt = verbessert die Vergasung auf 22% und die Leistung auf 0,32 (Schätzung Dr.v.Hartmann). Eine Leistung von 0,31 muss auch erzielt werden, wenn man bei gleichen Hochdruckvolumen neben dem Elektrodenkoks die gleiche s-Bi+Mi-Menge erzeugen will wie bei <sup>normalen</sup> Verfahren der Kohle auf Bi+Mi.

20/10

Die Rechnung ergibt einen Elektrodenkoks-Preis von Mk. 220.- bei einer Zuschrift von Mk. 200.-/to s-Bi+Bi. Rechnet man das s-Bi als Autobenzin roh mit 25 Pfg., so ergibt sich ein Elektrodenkoks-Preis von 190.-/to.

Oberschles. Kohle auf B1 + M1  
Rückstandsauflerarbeitung durch Entasphalt-  
ierung des Abgaschlammes und Aufarbeiten des Asphalt-  
Ölgemisches auf Elektrodenkoks.

(Vergleichsbilanz vom 3.12.40 (Druckdestillation  
von Schlanderöl)

KVRSB-Anfall:

157 kg C à 14400  
= 2 260 000 WE  
9,2 kg C à 5700  
= 52 500 WE  
207 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub> à 2360  
= 489 000 WE  
= 2 801 500 WE

.95% Ausbeute:  
2,65 · 10<sup>6</sup> WE/t RK

1000 kg RK 81% C; 4,0 H disp.  
52 kg Asche  
32 kg Katalysator  
21 kg Wasser

1105 kg TK<sub>2</sub> + Kat.  
975 kg Anreiböl, festfrei  
85 kg Gleitöl  
55 kg Spülöl

2220 kg Brei m. 48,9% F.  
110 kg Abschl. Rückf.

2390 kg Ges. Einspritzung m. 47,7% F.

700 at; 94% Abbau; 0,32 Leistung/verf. Ölgen.  
22% Verg./abgeb. 0,4 m<sup>3</sup> Gas/kg RK; Entasphalt-  
ierung des Absch.; Verd. u. Filtration d. Rückst.  
Destill., Druckverschmelzung u. Nachverkokung

762 kg C abgeb.  
168 kg C verg. 5,5% C als CO; 1% C als CO<sub>2</sub>; m.C 1,05  
594-610 kg HD-Ölgeinn 86% C  
25 kg Verl. 85% C, 9,5 H disp.

664 kg verf. Ölgen. 70 kg B1-135° 84,55% C; 16,8 H disp.  
465° M1 80,25% C; 10,65 " "  
129° S'öl + Asphalt 85% C; 7,5 " "  
88% C 83% C

H<sub>2</sub>-Verbrauch:  
chem. geb. 874 m<sup>3</sup>/t RK  
gel. 207 " "  
Verl. 40 " "  
1121 m<sup>3</sup>/t RK

hiervon 97 kg Öl aus  
Druckschmelzöl.

Rückst. auflerb.:

Verluste

Abstr. Destill.:

60 kg Hy-Bü  
52 kg Asche  
32 kg Kat.  
144 kg Ges.-F.  
576 kg Abschl. öl  
720 kg Abschl. m. 20% F  
1300 kg Öl  
2020 kg

Entasph. 3 kg  
Filtrat. 14 kg  
Abstr. dest. 9 kg  
26 kg (21 kg  
reine M1)

1119 kg Abstr. m. 62,5% S'öl  
9 kg Verl.  
70 kg B1-135°  
479 kg M1 14 kg Verl.  
465 kg Ölgen.  
673 kg S'öl.  
55 kg Spülöl  
618 kg S. Anr'öl

247 kg Öl  
+1300 kg C<sub>4</sub>  
3 kg Verl. aus Öl  
C<sub>4</sub>-Druckdest.  
1293 kg C<sub>4</sub> 7 kg Verl.

Entasph. u. Bitum.:  
= 100%; p = 15 at

465 kg Asphalt  
1400 kg M1  
1119 kg

Anr'öl + Gleitöl:

247 kg Abschl. öl  
813 kg Abstr. S'öl (618 kg)  
+ Öl aus Dr. verschmelz. (195 kg)  
1060 kg

232 kg Öl  
92 kg Asph.  
304 kg M1  
528 kg Ges. öl

Filtration

240 kg Festes  
Destillation

324 kg z. Druckverschmelzung

14 kg Verl.

Destillation:

1328 kg (921 kg Asphalt)  
(369 kg M1-Ölgen.)

Dr. verschmelzung:

924 kg Asph. + Öl

Nachverkokung:

97 kg Koks

90 kg B1'koks 17 kg Gas+Feer

Energie- und Belegschaft:

	HD	HD	Gas	Wasser	Strom	M/Sch.
S-Ph. 700 atm	3,4	49,0	36000	1700	23000	65
Entbenzinierung und Treib- gasgewinnung:	2,1	1,0	-	200	700	10
Entasphaltierung (40 stute 01)	40,0	11,0	-	1600	120	20
Filtration (102 stute)	16,3	10,7	-	-	740	10
Destillation v. Filter- rückstand	-	10,5	36000	2230	500	25
" " Filtrat						
" " Abstreifer						
<del>Entbenzinierung</del> Hochver- kokung	1,76	-	1800	8	70	4
Druckschwelelei	1,2	1,2	1500	365	2000	10
Tanklager, Gasometer, Büros, Labors	3,5	12,0	300	200	280	18
	68,26	95,4	75600	6303	27410	162

Anlage-Schätzung:

S-Phase, 700 atm:

Kohlebr.u.Mahlung, Trocknung, Anmischung }	6 500 000.-
Gasumlauf	1 400 000.-
Brümpressen	4 000 000.-
Kammern	15 800 000.-
Ölnäpfe	3 900 000.-
Destillation	3 500 000.-
Tanklager f. schwere Öle	2 000 000.-
H-u.H-Druckleitungen	2 000 000.-
Kompression	1 900 000.-
Entasphaltierung	4 000 000.-
Filtration	1 200 000.-
Druckschwelelei	1 200 000.-
Hochverkokung	2 300 000.-
Treibgasgewinnung	3 300 000.-
Fabrik-tanklager	800 000.-
Notentspannung, Isolierungs- geräte usw.	300 000.-
	<u>54 100 000.-</u>



Verarbeitungsprozess  
für eine S-Phase-Kapazität von  
3(0000).

(Vergleich zu Schätzungen v. 14.12.40<sup>1)</sup> u. 9.12.40<sup>2)</sup>)

Reinkohle-Verbrauch 54,5 stuto  
Produktion: 29,2 stuto S-BI+BI  
+ 4,9 " Elektrodenkoks.

S-Phase, 700 atm:

Vorbereitung:	63,0 stuto	m. 4% Asche u. 10% Wasser
Mahltröcknung:	63,0 "	"
	+ 0,75 "	Kat. I
	<u>63,75</u>	stuto
Anmischung	58,75 "	TK <sub>2</sub> + Kat. I
	0,87 "	Kat. II
	0,17 "	Kat. III
	57,2 "	Anr'öl + Gleitöl
	6,0 "	Abschl. Kaltrückf.
Brotpressen	122,99 stuto	
Spritzpumpen	3,0 "	
Wasserpumpen	3,0 "	
Gaslauf	218 000 m <sup>3</sup>	
Kompression	61 000 "	
Ölische	165 m <sup>3</sup>	
Leistung	0,12	
Reakt'raum	113 m <sup>3</sup>	
Ofensystem	12 Öfen, 18 m lang, 10000	
Kammern	3(0000)	
Entschwefung	110,0 stuto <sup>3)</sup>	einschl. C <sub>4</sub> (bzw. 39 stuto ohne C <sub>4</sub> )
u. C <sub>4</sub> -Destill.		
Filtration	102,0 "	
Destillation		
-d. Filterrückst.	13,1 "	
-d. Filtrates	88,7 "	
-d. Abstreifers	61,0 "	
Druckschweierei	17,7 "	
Nachverkokung	10,6 "	
Entbenzinierung		
u. Treibgasgew.	4,65 C <sub>3</sub> + C <sub>4</sub> + 1,1 C <sub>5</sub>	stuto

<u>H<sub>2</sub>-Verbrauch:</u>	<u>Hygas-Anfall:</u>	<u>sonst. Gasanfall:</u>
61000 m <sup>3</sup> H <sub>2</sub> /h (100%ig)	145 · 10 <sup>6</sup> WE/h	Druckverachtung: 18,5 · 10 <sup>6</sup> WE/h Nachverkokung: 4,2 · 10 <sup>6</sup> WE/h

- 1) L-BI aus oberachles. Kohle  
2) L-BI " " " ; Druckdestill. d. Schleuderöles  
(Vorsch. Dr. v. Hartmann)  
3) p 15 at; t 100°; Destillation d. C<sub>4</sub> unter Druck.

Kostenabschätzung  
f. s-Bi + M1 + Elektrodenkoks, durch  
Katasphalierung u. Filtration des  
Abgasmas.

196

Kapazität: 30 600 jato s-Bi  
203 000 " s-M1  
39 200 " Elektrodenkoks.

Vergleichsrechnung zu "Elektrodenkoks + Heizöl" v. 2.6.42

<u>Rohtoffe:</u>	<u>Mk/t s-Bi+M1</u>
2,16 t Hydrierkohle à 21,50	46,40
Wasserstoff 2085 m <sup>3</sup> à 5 Pf.	104,50
Treibgas-Gutschr. 159 kg à 20 Pf.	31,80
Gas-Gutschr. 4000 m <sup>3</sup> à 1000 WE 0,3 Pf/m <sup>3</sup>	1200,00
13 kg Butan à 20 Pf.	2,60
	<hr/>
	109,70

<u>Kontakt:</u>	
26 kg H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> · 7 H <sub>2</sub> O à 3 Pfg.	0,78
30 " Naphthol à 2 Pfg.	0,60
6 " Sulfopran à 27 "	1,62
	<hr/>
	3,00

<u>Energien:</u>	
2,34 t HD-Dampf à 2,70	6,31
3,26 t ND-Dampf à 2,50	8,15
2590 m <sup>3</sup> Kraftgas à 0,3 Pf.	7,77
216 m <sup>3</sup> Wasser à 1,8 Pf.	3,90
940 kWh Strom à 1,9 Pf.	17,80
	<hr/>
	43,94

<u>Löhne etc.:</u>	
152 M/Sch. = 6,16 A'std. à 1,35	8,30
50% Zuschl. f. Gehälter, Betr'gst. u. Lab'kosten	4,15
	<hr/>
	12,45

<u>Reparaturen etc.:</u>	
6% v. 67,5 Mill.	4,05
2% v. " "	1,35
10% v. " "	6,75
	<hr/>
	12,15
	Genetzkosten
	220,57

<u>Generalia:</u> 2,5% v. Gestehkosten	5,52
--	------

<u>Verzinsung:</u>	
3% v. 67,5 Mill.	8,67
5% v. 10,0 "	2,14

<u>Gutschriften:</u>	
168 kg Elektrodenkoks à 10 Pf.	16,80
Mk/t s-Bi+M1	220,60
	<hr/>
	237,40

= 250.-/t s-Bi; 200.-/t s-M1

INDEX

41. Herstellung von Elektrodenkoks durch  
thermisches Cracken unter Druck.  
Production of electrode coke by thermal  
cracking under pressure.

Frame Nos. 197 - 199



41 Herstellung von Extraktionskoks durch thermisches  
Extraktion mit Wasser.  
(Stand vom 12. März 1942)

197

ZUSAMMENFASSUNG

In der thermischen Extraktionsapparatur wurden bisher aus Anfall-  
produkt von Extraktions-Grossversuch ca. 300 kg Elektrodenkoks  
hergestellt. Je nach Wahl der Arbeitsbedingungen wurden Ausbeuten  
von 32-75 % Koks, bezogen auf Bitumen, erhalten. Dies entspricht  
einer Ausbeute von 32-46 % fertigen Elektrodenkoks auf in die  
Hydratorung eingesetzte Reinkohle. Proben der einzelnen Koksarten  
für Bitterfeld sind in Vorbereitung. Aus der Koksreinigung durch  
thermische Extraktion sind bisher zwei Proben von 10 Liter-Ofen  
Extraktionsversuch nach Bitterfeld abgegangen, deren Analysen-  
ergebnisse im Text aufgeführt sind.

Aus Präparatbitumen von Extraktions-Grossversuch mit schles-  
ischer Kohle bei 300 atm wurden in der thermischen Extraktionsapparatur  
bisher ca. 200 kg Elektrodenkoks (Kokskoks) hergestellt.

A) Arbeitsweise

Die Koksherstellung erfolgte nach drei verschiedenen Arbeits-  
weisen:

I. Das bitumenhaltige Filtrat wurde in einer Wasserdestilla-  
tion von Wasser befreit. Das erhaltene Bitumen (Erweichungspunkt  
ca. 100°) wurde in einem Druckkocher eingefüllt und unter 8 atm  
Druck und Zugabe von Wasserdampf als Spülgas langsam auf eine  
Kochtemperatur von 475° erhitzt.

II. Das bitumenhaltige Filtrat wurde direkt (ohne Abtoppen)  
unter 13 atm Druck und Zugabe von etwas Wasserdampf als Spülgas  
auf 400° erhitzt und in einem auf 475° erhitzten Kocher, der  
unter 8 atm Druck stand, eingespritzt.

III. Das bitumenhaltige Filtrat wurde unter 13 atm Druck  
und Zugabe von etwas Wasserdampf als Spülgas auf 400° drucker-  
hitzt und dann in dem Kocher entspannt, der unter 2 atm Druck  
stand und bei ca. 337° gehalten wurde. In Kocher gelangt sich  
dabei das von Wasser befreite Bitumen. Nach Abstellung der  
Einspritzung wurde der Druck des Kochers auf 8 atm erhöht und  
das Bitumen gleichzeitig auf die Kochtemperatur von 475° erhitzt.

B) Analysen

Mit den verschiedenen Arbeitsweisen wurden verschiedene  
Ausbeuten sowie verschiedene Anfallprodukte erhalten, welche in  
nachstehender Tabelle wiedergegeben sind.

n) Bei dieser Temperatur destilliert  
alles Mittelöl über.

200387



Arbeitsweise	I	II	III
<b>Ausbeute bezogen auf Bitumen:</b>			
% Koks (Rohkoks)	75,9	66,4	66,7
% Öl	15,9	33,2	2,5
% Gas-Verlust	0,2	1,4	
<b>Zusammensetzung des Ölgewinns:</b>			
% Mittelöl	91,3	0	1)
% Schweröl	40,3	100	1)
<b>Eigenschaften des Kokes (Rohkoks):</b>			
% Asche	0,14	0,24	1)
% Flüchtiges spez. Gewicht	7,6 1,41	1)	1) 1)
<b>Aussehen des Kokes:</b>	gebläht, glänzende Oberfläche, leicht	nicht, matte Oberfläche, schwer	gebläht, glänzende Oberfläche, leicht

Je nach der Wahl der Erweichbedingungen können Koksausbeuten von 53-76 % bezogen auf Bitumen, erreicht werden; lange Aufheiz- und Vorweilzeiten (Arbeitsweisen I und II) geben die höchsten Koksausbeuten. Die höchste Ölansichte (I) wird bei Arbeitsweise II erhalten, allerdings ist dabei auch mit 13 % der Verlust an höchsten. Das bei II gewonnene Öl ist Schweröl. Bei langsamer Aufheizung und hoher Vorweilzeit (Arbeitsweise I) entsteht weniger Öl (16 %), dafür besteht das Öl zu etwa 18 % aus Mittelöl. Die näheren Untersuchungen stehen noch aus.

**3. Kohrenalität.**

Die erzeugten Rohkoks enthalten noch viel flüchtige Anteile (ca. 8 %) und müssen durch Nachglühen auf 0,9 % flüchtige Stoffe gebracht werden. Dieses Nachglühen wurde früher bei 900°C in einem Ofen von verunreinigtem, dabei wurde Koks mit 0,7 % flüchtigen und spezifischen Gewicht 1,74 erhalten. Wie in Zusammenstellung 1944 von J. 1941 gezeigt wurde, kann durch Durchführung des Nachglühens bei höheren Temperaturen (1200°C) ein höheres spezifisches Gewicht des Kokes erreicht werden, welches dem spezifischen Gewicht von 1,91 gleichkommt. Es besteht weiterhin die Vermutung, dass die Erhöhung der Nachglüh-Temperatur auch eine Verbesserung der Kohrenalität des Kokes mit sich bringen wird.

- 1) Zahlen liegen noch nicht vor.
- 2) Das Öl wird derzeit auf Heildruckeigenschaften und auf Verarbeitbarkeit in der Gasphase geprüft.

Für das Hochglühen größerer Kokschargen wurde von Dr. Pfirrmann ein Ofen gebaut, in dem die bisher erzeugten 300 kg Rohkoks nachgeglüht werden.

Das Aussehen der beiden Arbeitsweisen I bzw. III und II erhaltenen Koks ist verschieden. Der Koks aus Arbeitsweise I und III ist gebläht, der Koks aus Arbeitsweise II dicht und schwer. Die Absendung entsprechender kleiner Koksproben nach Bitterfeld zur Untersuchung auf Eignung ist in Vorbereitung.

D. Proben für Bitterfeld:

Bisher wurden folgende Proben nach Bitterfeld abgeschickt:

1) Probe 622/1, abgeschickt am 24.1.1942

Untersuchungsergebnis in Ludwigshafen:

Flüchtige Bestandteile	0,75 %
spezifisches Gewicht	1,740
Gesamtasche	0,3 %
Bestandteile der Asche:	
% SiO <sub>2</sub>	0,045
% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,151
% CaO	0,025
% TiO <sub>2</sub>	0,006
% SnO <sub>2</sub>	0,002
% V	Spuren

2) Probe 622/2, abgeschickt am 14.2.1942

Untersuchungsergebnis in Ludwigshafen:

Flüchtige Bestandteile	0,62 %
Wasser	0,1 %
spezifisches Gewicht	2,26
Asche	0,22 %

Das Ergebnis der Untersuchung in Bitterfeld steht zur Zeit noch aus. Die Proben stammten von 10 Liter-Ofenversuch mit schlesischer Kohle bei 700 stu.

Gemeinsam mit:

Dr. Schiffmann  
Dr. Lemme  
Dr. Boente  
D. I. Orth

gen. Rank

REPORT

42. Bisherige Ergebnisse des Grossversuches  
Kammer 304 zur Herstellung von aschenarmen Prim-  
bitumen zur Elektrodenkoksherstellung bzw. von  
aschenhaltigen Brikkettierbitumen.

Present results of the large-scale  
experiment Chamber 304 for the product  
of low ash primary bitumen for electrode  
coke production.

Frame Nos. 200 - 205



Bisherige Ergebnisse des Grossversuches Kammer 804 zur  
Herstellung von aschearmen Primärbitumen zur Elektroden-  
koksherstellung bzw. von aschehaltigen Brikettier-  
bitumen

Zusammenfassung:

Die Herstellung von Primärbitumen aus oberschlesischer Kohle wurde in einem Ofen von 955 Liter Inhalt unter Regeneration des Kohlebreies auf dem Produktrückweg zum Ofen und der Reaktionsprodukte auf dem Produktrückweg durchgeführt. Im Übrigen wurde die Apparatur des Heizöl-grossversuches unverändert benutzt. Verkrustungen in den Vorheizrohren, die beim versuchten ersten Anfahren infolge der geringen Geschwindigkeiten auftraten, machten es notwendig, die Vorheizrohre auf engeren Querschnitt zu bringen.

Bei 300 atm, 23,5 MV Maximaltemperatur und Steinkohle-Durchsatz 0,44 wurde mit 8,5 % Vergasung ein Abbau von 85-86 % erreicht und ein gut filtrierbares Produkt hergestellt. Die Ausbeute an Primärbitumen errechnet sich zu 66 % bezogen auf Reinkohle, die Ausbeute an Elektrodenkoks zu 42,5 %. Unter Nichtberücksichtigung von Mittelölverlusten in der Filtration wird zusätzlich etwas Benzin-Schweröl gebildet (ca. 10% bezogen auf Reinkohle).

Bei der Aufarbeitung auf Brikettiermittel von 70° Erweichungspunkt wurde eine Ausbeute von 95 % bezogen auf Trockenkohle (=100% bezogen auf Reinkohle) erhalten. Dabei mussten jedoch ca. 15 % verbrauchtes Mittelöl (bezogen auf Reinkohle) durch Premdöl ersetzt werden.

In der Vorheizung, Regeneration und im Ofen traten bei 300 atm keine erkennbaren Schwierigkeiten auf.

Bei 700 atm, Reinkohledurchsatz 0,84 und 24,5-25 MV traten jedoch Festeablagerungen im Ofen auf und führten zur Abstellung des Versuches. Vorläufige Zahlen bei 500 atm zeigen, dass unter den Bedingungen von höherem Druck und höherer Temperatur bei gleichzeitig erhöhtem Durchsatz auch bei Aufarbeitung auf Brikettiermittel ohne Fremdeinsatz gefahren werden kann.

Der Versuch soll nach Einbau von drei Öfen mit kleinerem Querschnitt und einem Ofen mit selbsttätigem Innenumlauf bei 700 atm wieder aufgenommen werden.

4200131



### Apparative Anordnung:

Der Versuch kam nach den günstigen Erfahrungen des im Juli-September 1941 durchgeführten Heizölgrossversuches mit ober-schlesischer Kohle (siehe vorläufigen Bericht Süssenguth/Rank vom 25.9.1941) zunächst mit der fast gleichen, nur wenig veränderten normalen Hydrierapparatur und der gleichen Kohle gemäss dem am 3.11.1941 aufgestellten Verarbeitungsschema zur Ausführung.

Der Produkthinweg bis zum Eintritt in den Ofen blieb vollkommen unverändert. Es wurde der mit Mittelöl und Rückführabschlamm hergestellte Kohlebrei mit der zugehörigen Kreislaufgasmenge in drei Haarnadeln des Gasvorheizers (45 mm  $\varnothing$ ) vorgewärmt, dann in einem Regenerator (0) und anschliessend 12 weiteren Haarnadeln des Gasvorheizers (7 Haarnadeln 45 mm  $\varnothing$ ; 5/2 Haarnadeln 34 mm  $\varnothing$ ) auf Reaktionstemperatur aufgeheizt. Als Reaktionsofen diente ein Hochdruckrohr von 12 m Länge und 850/600 mm Durchmesser. Nach Innenisolierung betrug der lichte Durchmesser nur noch 330 mm und der Ofeninhalt 955 Liter.

Der Produktrückweg ab Hochdruckofen war gegenüber den Verhältnissen bei einer normalen Hydrierapparatur wesentlich geändert. Erstmals wurde das aus dem Ofen austretende Produkt-Gasgemisch direkt in den Rückweg des Regenerators und anschliessend über einen zusätzlichen Luftkühler in den Produktabscheider geleitet, der mit dem bei der normalen Hydrierung üblichen Heissabscheider identisch war. Hier wurde bei etwa 10 MV das erzeugte Produkt mit der Hauptmenge des Mittelöles über die übliche Entschlammungsgruppe abgezogen, während das gebildete Benzin mit geringen Mengen Mittelöl in einem nachgeschalteten Stagenkühler und Produktabtreiber vom Kreislaufgas in der üblichen Weise abgetrennt und abgezogen wurde. Das abgetrennte Gas wurde über einen Stagenwascher und anschliessend der normalen Ölwäsche zur Kreislauf-Umlaufpumpe geführt und ging nach Auffüllung des im Prozess verbrauchten Gases mit Frischgas in den Prozess zurück.

In dieser in ihren einzelnen Dimensionen unveränderten, lediglich etwas anders geschalteten Apparatur wie beim Heizölgrossversuch wurde der Versuch Anfang November 1941 zunächst bei 100 atm begonnen. Es wurde versucht, mit steigender Frischkohlekonzentration von 20 - 25 - 30 % im Kohlebrei auf Reaktionstemperatur zu kommen. Bereits nach wenigen Stunden traten erhebliche Druckdifferenzen im Vorheizerteil des Produkthinweges zum Ofen auf und führten zur Abstellung des Versuches. Nach Demontage der Apparatur zeigte sich, dass der Ausgang vom Regenerator-Hinweg und daran anschliessend die sieben Haarnadeln von 45 mm  $\varnothing$  durch Pestablagerungen fast vollkommen zugesetzt waren. Die im Produktweg engt. Die in den beiden Vorheizerteilen, den sieben Haarnadeln von 45 mm  $\varnothing$  und den 5/2 Haarnadeln von 34 mm  $\varnothing$  während des Betriebes herrschenden Geschwindigkeiten im Vergleich mit den entsprechenden Werten des Heizölgrossversuches sind in der Artentafel vom 6.11.1941 (Raichle) zusammengestellt. Es geht daraus hervor, dass während des jetzigen Betriebes im Vorheizerteil Geschwindigkeiten von nur 1/4 - 1/7 gegenüber den Verhältnissen der Heizölfahrweise vorhanden waren. Das Absitzen des Kohlebreies wird auf diese kleinen Geschwindigkeiten zurückgeführt.

0 Regeneratormantel 12 m Länge, 850/600 mm  $\varnothing$ ,  
mittlere Heizfläche 19,3 qm.

Nur Schaffung günstigerer Strömungsverhältnisse wurden daher folgende Abänderungen getroffen:

- 1.) Der bisherige Regenerator mit 15 qm Heizfläche wurde durch einen kleineren Sa langen Regenerator von 240/160 mm  $\beta$  mit 7,3 qm Heizfläche ersetzt.
- 2.) Die Vorheizerrohre der Gasse 2 mit bisher 45mm  $\beta$  wurden durch einen Elektrovorheizer bestehend aus vier Bundrohren mit 24mm  $\beta$  1 ersetzt.
- 3.) In die Vorheizerrohre der Gasse 3 wurden Verdänger eingesetzt und dadurch der freie Querschnitt in diesen Röhren auf etwa die Hälfte verringert.
- 4.) Vom Ofeneingang zum Produkt-Gas-Eintritt in Vorheizergasregenerator-Eingang-Hinweg wurde über eine Heissumlaufpumpe mit einer Leistung von 1000-1200 Liter/Std ein Rücklauf des Produktes geschaffen zur Erhöhung der im Produkthinweg durchgehenden Produktmenge um 80-100 %.

#### Ergebnisse des Versuches bei 300 atm:

Nach diesen Änderungen der Apparatur konnte der Versuch bei 300 atm vom 7. 2. bis 18. 2. 1942 in wesentlichen ohne Störungen durchgeführt werden. Der eingeleitete Heissumlauf war allerdings während der gesamten Betriebsperiode nur in relativ kurzen Zeiten in Betrieb, das das Material der Ventile bei der hohen Temperatur des Produktumlaufes (20-22 MV) angegriffen wurde und dies in Verlauf von wenigen Stunden zu immer wiederkehrenden Reparaturen führte. Für den Versuchsverlauf waren diese Störungen unschädlich, da sich keine wesentlichen Änderungen zeigten, es mit oder ohne Heissumlauf gefahren wurde. Im Endzustand - es wurde zunächst mit geringer und dann mit systematisch steigender Frischkohlenkonzentration gefahren - wurden folgende Bedingungen erreicht:

Druck Kammer-Eingang	300 atm
Wasserstoffpartialdruck	ca. 230 atm
Kammer-Eingang	
Reaktionsvolumen	955 Liter
Ausgangskohle:	Oberschlesische Kohle, Beuthen/Heinitz N. 1 82 % C; 4,0 H disp; 15% Asche.

#### Kohlebrei:

	<u>Zusammensetzung</u>	<u>Analyse</u>
36 % Trockenkohle		38,9 % Festes
=(37,8% Reinkohle)		32,6 % Mittelöl
44 % Mittelöl		
20 % Rückführabschlamm		8,5 % Bitumen

Breieinspritzung	1250 kg/Std.
Reinkohledurchsatz	420 kg/Std = 0,44 kg/Ltr. R. R.
Eingangsgas	380 cbm/Std = 0,91 cbm/kg R. R.
Kaltgas	140 cbm/Std = 0,33 cbm/kg R. R.
Gesamtgas	520 cbm/Std = 1,24 cbm/kg R. R.

Die Breiaufnahme erfolgte im Temperaturgebiet von 290-360° durch Breiregeneration in der allerdings nicht sehr langem Betriebsperiode ohne alle Schwierigkeit; insbesondere zeigten sich im Regeneratorkückweg bei der hier erstmalig durchgeführten Durchleitung des gesamten Produkt-Gasgefalles des Hochdruckofens keinerlei Anzeichen irgendeiner Störung. Die Wärmeübertragungswerte (K-Werte), die beim Heißölversuch ebenfalls mit Breiregeneration 250-300 betragen waren entsprechend den geringeren Strömungsgeschwindigkeiten von Produkt+Gas erwartungsgemäss geringer. Es errechneten sich aber immerhin noch K-Werte von ca. 150 cal/qm, °C und Stunde, die als sehr zufriedenstellend beurteilt werden müssen.

Die Ergebnisse des Versuches sind kurz in der beiliegenden Tabelle aufgeführt. Im Hochdruckteil wurde ein Abbau von 85,3 % in Mittel erreicht. Der Hochdruckölgeinn setzt sich zusammen aus 4,7 % Benzin, 4,0 % Mittelöl und 91,5 % Bitumen > 325° 8,5 % des eingesetzten C wurden im Hochdruck vergast.

Der Anfall des Hochdruckofens wurde zum überwiegenden Teil in einer Destillationskolonne auf Brikettiermittel von 70° Erweichungspunkt geteilt. Ein kleiner Teil wurde durch Filtration auf aschefreies Bitumen bzw. Elektrodenkoks aufgearbeitet.

Die Filtration des Abschlammes erfolgte bei einer zusätzlichen Verdünnung mit Mittelöl von 25-50% mit einer technisch guten Filterleistung von 200-300 kg/qm Filterfläche (siehe Bericht Dr. Pfirrmann vom 23.2.1942). Um hier noch Verbesserungen zu erzielen, wäre die weitere Zurücknahme des Eingangsgases erwünscht gewesen. Es zeigte sich aber, dass bei der gewählten Ofenkonstruktion (330 mm L. Ø) eine Zurücknahme des Eingangsgases unter 380° nicht möglich war. Bei weniger Gas konnte wegen mangelnder Strömung keine gleichmässige Temperaturenlage im Ofen erreicht werden.

Zu den beiden Aufarbeitungsarten ist noch folgendes zu bemerken: 1) Aufarbeitung auf Elektrodenkoks:

Hier errechnet sich eine Elektrodenkokesausbeute von ca. 45 % bezogen auf Reinkohle. Unter Nichtberücksichtigung von Mittelölverlusten in der Filtration wird zusätzlich etwas Benzin, Mittelöl und Schweröl bzw. Heißöl gebildet (3,2% Benzin, 3,1% Mittelöl, 4,5 % asphaltfreies Schweröl, bezogen auf Reinkohle). Der Elektrodenkoks wurde aus mittelölfreiem Bitumen unter 8 atm Druck und mit Wasserstoff als Spülgas erzeugt. Die Ausbeute an Elektrodenkoks auf Bitumen war ca. 69 %.

2) Aufarbeitung auf Brikettiermittel (70° Erweichungspunkt)

Infolge des verlangten niedrigen Erweichungspunktes tritt hier ein Mittelölverlust von 14,6 % bezogen auf Reinkohle auf, der durch Fremdöl ersetzt werden muss. Auf Trockenkohle bezogen wurden 95 % Brikettiermittel erhalten.

Bisherige Ergebnisse des Versuchs bei 700 atm:

Bei 700 atm sollte gemäss der projektierten Bilanz von 27. Oktober 1941 mit einem Breidurchsatz von ca. 2500 kg/Std. und ca. 450° atm Kreislaufgas auf 25 MV gefahren werden, wobei neben ca. 85 % Bitumen (asphaltfrei) ca. 15 % Benzin+Mittelöl gewonnen werden sollten. Es war hiernach zu erwarten, dass unter diesen Verhältnissen auch bei Aufarbeitung auf Brikettierbitumen der



Betrieb ohne Fremdluft ausreicht erhalten werden konnte

Der Übergang von 300 atm auf 700 atm ging in unserer Versuchsanlage hinsichtlich ohne Schwierigkeit vonstatten. Auch die Steigerung des Breidurchsatzes von bisher 1200 kg/Std auf zunächst 2200 kg/Std machte keine Schwierigkeiten. Bei Steigerung der Temperatur zeigte sich aber dass der Ofen auf keine gleichmäßige Temperaturlage zu bringen war und dass sehr bald Messansätzen eines Teiles der Ofenelemente durch offensichtliche Feststoffablagerungen im Ofen ganz ausfielen. Die Kammer wurde daher kalt gefahren und der Ofen ausgebaut. Es ergab sich dass der Ofen zu über 50 % mit Festem zugesetzt war.

Vor der endgültigen Abstellung konnte zwischenseitlich bei 500 atm und 1800 kg Breidurchsatz/Std eine kurze Periode gefahren werden. Hierbei hat sich ergeben dass bei höherem Druck in diesem Fall bereits bei 500 atm ein höherer Mittelöl-Gewinn als bei 300 atm zu erzielen ist, der die Mittelölverluste bei der Aufarbeitung auf Brikettierbitumen mit 70° Erweichungspunkt (Krauser-Saxow) deckt. Einstechnische Filtration ist bisher bei der Fahrweise bei höheren Drücken nicht möglich gewesen, jedoch waren die Fahrbedingungen nur kurzzeitig konstant, sodass hieraus keine endgültigen Schlüsse gezogen werden können.

Der Versuch soll nach Einbau von drei Öfen mit kleinerem Querschnitt und einem Ofen mit selbsttätigen Innenumlauf bei 700 atm wieder aufgenommen werden.

gez Süßenguth  
Rank  
Simon

Anlage: 1 Tabelle





INDEX

43. Über die Filtration des Schlamms der  
Kammer 804 beim Fahren auf Triarbituren.  
Filtration of Chamber 804 residue in  
the process of preparation of primary  
bitumen.

Page nos. 206 - 210

43 Über die Filtration und Abschlamms der Kammer 804  
beim Fahren auf Primärdrücken.

Nachdem die Fahrweise bei 300 atm und 23,5 MV mit Durchsatz 0,5 vorläufig abgeschlossen wird, soll hier kurz über die Filtration dieses Abschlammes berichtet werden.

Die Filtrierfähigkeit des Abschlammes wurde laufend im kleinen Druckfilter an 2 kg geprüft, die Resultate dieser Prüfung gehen immer eine sehr gute Übereinstimmung mit den technischen Filtern. Da die Kammer sehr vorsichtig angefahren wurde unter Mitverwendung von Steinkohlenspech als Verdichtungsmittel (was unnötig ist, wenn die Vorheizerrandtemperaturen nicht höher gefahren werden als die Ofentemperaturen), hatte bei Ablauf der ersten Woche mit Versuchsbeginn der Abschlamms noch nicht die normale Filtrierfähigkeit. Es konnte aber festgestellt werden, das

- 1.) durch Verdünnung des Abschlammes mit Mittelöl im Verhältnis 1 : 0,5 die Filtrierfähigkeit stark verbessert werden konnte
- 2.) durch Zusatz von 0,5 - 1,0 % kohlensauren Kalk zum Abschlamms die Durchlässigkeit des Nuchens erhöht werden konnte, wodurch auch noch recht genügend filtrierbarer Abschlamms anstandslos filtrieren lies. Der Zusatz von Kalk wurde auch später beibehalten, die Verdünnung auf 1 : 0,25 herabgesetzt. Die beste Filtrierfähigkeit hatte stets Abschlamms bei dem Rücklauf verwendet wurde unabhängig davon, welcher Filtertyp verwendet wurde. Im einzelnen ist über die 3 bis 4 verwendeten Filter folgendes zu berichten:

1. Eisenfilter.

Das Filter ist auf Grund von in Weimar vorgenommener Besichtigung und von dort erhaltenen Zeichnungen hier angefertigt worden. Es ist identisch mit dem bei Ude zuerst benutzten und von dort in Weimar eingesetzten „Eisenfilter“; die einzige Abänderung besteht darin, daß die Filter-Ringsteine statt direkt unter Vermittlung von starken Federn zusammengedrückt werden. Das Filter hat rund 0,2 qm Filterfläche; es wird mit 5 atm  $H_2$ -Druck und bei 160-180° filtriert und mit etwa 3-10 atm Druck abgeworfen. Am Filterzustand



fällt etwa 15-20 % vom Abschlamme an mit einem Ölgehalt von 30-40%. Der Kuchen ist ziemlich trocken und ca. 1,5 - 2,5 cm stark; der zu heiß abgeworfene Kuchen entzündet sich gelegentlich an der Luft. Die Filterleistungen liegen bei neuen Steinen zwischen 300 und 400 kg/qm/Stunde; der Aschengehalt ist mit 0,01 - 0,02 gut. Arbeitet man mit einer Kuchenstärke von nur 0,5 - 1 cm, so kann man bei reinen Steinen Filterleistungen von 600 - 800 kg erzielen; dies bringt aber keinen praktischen Vorteil, da auch bei dünner Schicht zum Abwerfen des Kuchens mit den verschiedenen Operationen rund eine Stunde benötigt wird, so daß der Vorteil des schnelleren Filtrierens durch das öftere Öffnen wieder rückgängig gemacht wird.

Durch Anbringung von Schnellverschlüssen kann die Filterkerze besser mechanisiert werden. Es bleiben aber folgende Nachteile, die nicht in einfacher Weise zu beheben sind: Die Filtergeschwindigkeit sinkt langsam ab, nach einer Woche beträgt dieselbe noch rund 1/3 der Anfangsgeschwindigkeit. Beim Nachprüfen ergibt sich stets, daß der Kuchen nie vollständig abgeworfen wird, es bleiben immer einige Reste auf den Steinen, die sich allmählich verstärken und den Abfall bedingen. Durch Auswindernehmen der Kerze und Reinigen der Steine wird nahezu die vollständige Anfangsleistung wieder erzielt.

b.) Die Steine sind in der Festigkeit nicht vollkommen zuverlässig; es kommt immer wieder vor, daß einzelne Steine reißten, wodurch sofort die Asche im Filtrat unzulässig ansteigt; wenn sich die Lücke auch meistens wieder mit Rückstand ausfüllen, so hat man nie eine vollkommene Sicherheit im Aschengehalt. Es ist beim Korbfilter also eine Nachfiltration nötig, die allerdings mit sehr großer Leistung durchführbar ist.

c.) Das Abwerfen des Kuchens durch einen Rückstoß mit Stickstoff gibt eine dicke Wolke von Öldämpfen, die eine starke Belästigung der Bedienung sowie Ölverluste zur Folge haben. Die Beseitigung dieses Uebelstandes dürfte nur mit größerem apparativen Aufwand möglich sein.



2. Das Dorrfilter wurde genau wieder so aufgebaut, wie es schon bei Ude bewährt hatte. Als Filterunterlage wurde Leinwand, als Filterschicht wurde in Mittelöl suspendiertes Kieselgur aufgebracht in einer Stärke von etwa 3-5 cm. Zum Aufbringen einer Schicht wurden auf die 1,6 qm Filterfläche des Dorrfilters 30-40 kg Kieselgur benötigt; diese Menge reicht etwa für 24 Stunden Betrieb; bei eingesetztem Personal dauert das Vorbereiten und die Aufbringung der Hilfschicht 2 Stunden, sodass 22 Stunden zur Filtration zur Verfügung stehen. Um einen stets gleichmäßigen Span von der Schicht abnehmen zu können, wird das Messer mit Hilfe Mehrfachübersetzung und Schnecke ganz langsam vorgetrieben; man kann den Vortrieb auch alle Stunde etwa 1/2 - 1 mm vor Hand betätigen.

Die Filterleistung betrug beim Dorrfilter etwa 150-200 kg am/St. bei langsamer Abnahme und 200-300 kg bei schnellerer Abnahme; das Filtrat hat im Aschgehalt unveränderlich zwischen 0,005 - 0,02; Anionen wie beim Korzenfilter kommen nicht vor, auch der erste Anfall ist von vornherein ohne Abweigung von Verlauf sauber. Der Filterrückstand ist ebenfalls trocken, enthält aber etwas mehr Öl (zwischen 40 und 50 %) als beim Korzenfilter, was auf die geringere Temperatur (110-140°) und die geringere Druckdifferenz (weniger als 0,5 atm gegen 5 atm) zurückzuführen ist. Nach Abarbeiten des Kuchens auf etwa 5 mm wird der Abschlepp entleert, der restliche Filterkuchen mit Stickstoff abgeblasen und mit Öl freigewaschen, worauf eine neue Hilfschicht aufgebracht wird. Die Filterleistung ist bei gleichmäßiger Kuchensabnahme während der ganzen Filtrierzeit konstant, ein Abfallen durch Versetzen der Filterunterlage ist bis jetzt nicht feststellbar gewesen, das Filter arbeitet also vollständig kontinuierlich, der einzige Nachteil ist, daß es mit Vakuum arbeitet, wodurch eine stärkere Verdampfung des Mittelöles eintritt; das heißt, die Vorteile der Dünschichtfiltration können nicht restlos ausgenutzt werden.

Der Verbrauch an Filterhilfe Kieselgur betrug 0,5 - 2 % des Abschleppes; an von der teureren Kieselgur (12-16 RM/100 kg) kennzeichnen, wurden Versuche mit billigen Abfallmaterialien, besonders Schlamm und Torf vorgenommen, wobei sich besonders

letzterer als aussichtsvoll erwies, sein Preis ist nur 1/4 der Kieselgur, außerdem benötigt man infolge des geringeren Vol.-Gewichtes weniger als Kieselgur. Versuche mit anderen Mischungen sind im Gange.

### 3. Schulvenner Filter.

Dieses von Schulzhermann & Kromer - Baum A.G. gelieferte Filter von 0,8 mm war mit Metalltuch als Unterlage und Lechwalzenabnahme ausgerüstet. Schon beim ersten Versuch konnte festgestellt werden, daß der mittelmäßige Abschlamm so wenig plastischen Kuchen liefert, daß die Walzenabnahme ungeeignet ist. Es wurde darauf versucht, den Kuchen mit Messer abzunehmen; nach kurzer Zeit ging die Filterleistung stark zurück, obwohl das Filtrat noch unrein war; nach 3 Versuchen war das Metalltuch praktisch undurchlässig geworden. Es wurde darauf ein neues Metalltuch aufgezogen und genau wie beim Dorrfilter zuerst eine Kieselgubschicht auf das Metalltuch aufgebracht; dadurch konnten zwar reinere Filtrate erzielt werden, aber das Metalltuch rotete sich trotzdem zu, außerdem fällt die Hilfschicht leicht ab. Jetzt wurde anstelle des Metalltuches wie beim Dorrfilter ein glaswollhaltiges grobes Asbestgewebe aufgezogen und wieder mit einer Filterhilfschicht gearbeitet, was den ersten Erfolg brachte. Das Filter wird jetzt ganz wie das Arbeiten mit Filterhilfe abgeändert, um die nötigen Unterlagen zum Gebau der noch vorhandenen großen Größelsaugfilter zu erhalten.

Seitenergebnisse: Der Abschlamm der Kammer 804 beim Fahren auf Frischbitumen bei 300 atm und 25,5 MV läßt sich technisch einwandfrei sowohl mit Korkenfilter nach Jung, als auch mit einem Dünnschichtfilter nach Dorr filterieren. Die reinen Filterleistungen liegen beim Korkenfilter trotz dicker Schicht zwar um 50 bis 100% höher, auf die Gesamtarbeitszeit bezogen ist die Leistung aber nur wenig größer. Das Dünnschichtfilter ist betrieblich einfacher und nahezu vollkontinuierlich, der einzige Nachteil ist die Verwendung von Vakuum statt Druck. Wenn das Dünnschichtprinzip auf ein Druckfilter übertragen wird, so sind 2-3 mal so hohe Leistungen zu erwarten. Als bestes kontinuierliches Druckfilter muß das Innfilter angesehen werden, bei dem der Druckkanal im Innern die Filterkomponente trägt. Der Materialaufwand für ein solches Filter ist nicht höher als für ein Vakuumfilter, die Schwierigkeiten liegen in der

einwandfreien Austragung des Filterrückstandes. Ein Versuchefilter nach diesem Prinzip ist in Arbeit.

gez. Pfirrmann



INDEX

44. Bericht über Besuch im Al-Werk Bitterfeld.  
Report on a visit to the aluminum  
plant at Bitterfeld.

Frame Nos. 211 - 214



Frl. Dr. Horing

Bericht über einen Besuch im Al-Werk Bitterfeld.

Zur Orientierung über die im Al-Werk Bitterfeld zur Untersuchung von Elektrodenkoks angewandten Methoden hatte der Unterzeichnete am 3.3.42 in Bitterfeld eine Besprechung mit dem dortigen Labor-Vorstand I. Rodis sowie mit dem Sachbearbeiter Dr. Würdy. Nach der Aussprache fand noch eine kurze Besprechung bei Dir. Dr. Ritter statt.

Die in Bitterfeld angewandten Untersuchungs-Methoden und Anforderungen sind dem bisher dort am meisten verwendeten Pechkoks angepasst und machen keinen Anspruch auf allgemeine Anwendbarkeit bei anderen Koksarten. Besonderen Wert legen sie auf geringen spez. Widerstand (1000 Ohm) und auf günstige Korngrößenverteilung beim Mahlen. Der elektrische Widerstand wird in einer einfachen Anordnung bei einem Druck von  $30 \text{ kg/cm}^2$  und bei einer Stromstärke von 1 Amp. gemessen. Der angewandte Druck ist willkürlich und Anwendung höherer Drücke (ca.  $200 \text{ kg/cm}^2$ ) wäre erstrebenswert, da dann die Leitfähigkeitsänderungen bei geringen Druckschwankungen relativ kleiner sind.

Beim Mahlen in Kugelmühlen soll der Koks möglichst wenig Feines unter  $0,075 \phi$  ergeben. Es wird Wert gelegt auf möglichst hohes Schüttgewicht (optimale Packung). Größere Mengen Feinstaub ergeben schlechte Packung und erfordern beim Herstellen der Elektroden hohen Bindemittelzusatz. Als Bindemittel dient z. B. ein Gemisch aus Teer und Hartpech, von dem ca. 25 % dem Koks zugesetzt werden. Besser wäre Brautpech, das aber bisher für diesen Zweck nicht freigegeben wurde. Herr Dir. Dr. Ritter fragte, ob nicht auch wir unser Ausgangsmaterial zur Untersuchung direkt als Bindemittel einschicken könnten. Es würden zunächst ca. 50 kg benötigt. Es wird z. B. auch Broche-Extrakt als Bindemittel mit gutem Erfolg angewandt. Die erzielte Festigkeit soll die übliche mit über  $200 \text{ kg/cm}^2$  um das mehrfache übersteigen und die Erhärtung soll bereits bei ca.  $4-500^\circ\text{C}$  eintreten. Das Bindemittel soll entweder schon bei  $100^\circ\text{C}$  dünnflüssig sein oder

799441

aber es muß so spröde sein, daß es sich zu Staub vermahlen läßt. Außer Pechkoks wird z. Z. noch Baesweiler Koks und Broche-Koks in Mischung mit Pechkoks verbraucht. Diese Koks sind auf der Halde schon äußerlich leicht voneinander zu unterscheiden. Wesentlich ist weniger die Porengröße als vielmehr die zwischen den Poren stehende Wand (Zellwand). Ist diese dünn, so muß zwangsläufig beim Mahlen viel Feines entstehen. Erwünscht sind daher dicke Zellwände. Vom Baesweiler Koks ist die Außenschicht und die sog. Haftschiicht unbrauchbar und nur eine relativ dünne Zwischenschicht ist brauchbar.

Die durch Aussieben erhaltene Kornfraktionen werden nach einem best. Schlüssel gemischt, in Knetmaschinen mit dem Bindemittel bei ca. 200°C angeteigt und dann entweder bei 1000°C zu sog. Blockelektroden fertig gebrannt und vollständig graphitisiert oder/aus der Knetmaschine erhaltene Masse wird zuerst in Formen von ca. 25 x 25 x 20 cm erstarren gelassen und bei Bedarf zu „Süderberg“-Elektroden zusammengestellt. Bei dieser Art werden die erhaltenen Blöcke in große Kästen aus Al-Blech von ca. 1 x 1 x 2 m zusammengepackt. Diese Kästen werden auf die schon arbeitende Elektrode aufgesetzt, erwärmen sich daher allmählich und werden wieder plastisch, das Bindemittel verkocht mit steigender Temperatur ohne jedoch vollständig zu graphitieren, da die Endtemperatur (im Schmelzfluß des Ofens) nur 900°C beträgt. Aus diesem Grunde muß der Zusatz an Bindemittel möglichst klein gehalten werden, da die nicht graphitierten Anteile, ebenso wie ein größerer Gehalt an Flüchtigen im Koks, die Reaktionsfähigkeit des Koks erhöhen und damit die Lebensdauer einer Elektrode herabsetzen. Diese Süderberg-Elektroden scheinen gegenüber den Blockelektroden im Vordringen begriffen zu sein.

Schliffbilder werden im Bitterfeld nur Untersuchung nicht herangezogen. Sie wurden als Steckenpferd von Herrn Kühlwein hingestellt. Auch die anderen Kennzeichen des Koks wie spez. Gew., Wassergehalt, flüchtige Anteile, selbst Asche stehen in ihrer Bedeutung zurück, solange die oben genannten (Leitfähigkeit und Mahlbarkheit) nicht durch ungünstig beeinflusst werden und gewisse Höchstwerte nicht überschritten werden.

Die früher von uns eingesandten Proben genügten hinsichtlich Leitfähigkeit und Mahlbarkheit nicht. Die 4 neuen Proben vom 26.1.42 waren gerade erst eingetroffen und noch nicht untersucht.

Im Labor standen eine große Anzahl von bereits untersuchten Koksprouben, die von verschiedenen Bechen u.s.w. zur Untersuchung eingesandt waren.

Falls die eingesandte Handprobe bei der Untersuchung günstige Werte zeigt, wird zuerst eine kleine Probelektrode von ca 50 kg hergestellt und im Kleinen zur Elektrolyse eingesetzt. Ist auch dieser Versuch günstig, werden Elektroden für normale technische Öfen notwendig. Da 1 Ofen täglich ca 200 kg Al produziert, werden pro Tag etwa 100 kg Elektrodenmasse verbraucht.

Die Abnutzung einer Elektrode beträgt ca 2 cm/Tag. Es werden dort Versuche angestellt mit dem Ziel, Anthrazit direkt als Elektrodenmaterial zu verwenden.

gez Meier



Hochdruckversuche  
Lu 352

3. Februar 1942 Ha/Eb

Elektrodenkoks aus Primärkohlen  
Verbesserung der Koksqualität

Der durch thermische Krackung in der Druckdestillations-  
apparatur bei 2 atm hergestellte Elektrodenkoks wurde bisher bei ca  
950° nachgeglüht. Der nachgeglühte Koks hatte ein spezifisches Ge-  
wicht (im Pyknometer bestimmt) von 1,770. Wie aus dem Brief von  
Bitterfeld v. 4. 12. 41 hervorgeht, soll möglichst die Dichte des  
Pechkokses 1,950 erreicht werden, da auch die Leitfähigkeit des  
Kokses mit seiner Dichte ansteigt.

Es gelang durch Nachglühen bei ca 1400° (2 Stunden im  
Stickstoffstrom) das spezifische Gewicht des Kokses auf 2,030 zu  
erhöhen. Dieses spezifische Gewicht entspricht dem von Bitterfeld  
angegebenen Normen besser, außerdem ist bessere Leitfähigkeit zu  
erwarten. Eine entsprechende Probe für Bitterfeld ist in Vorberei-  
tung.

Das Nachglühen bei höherer Temperatur bewirkt die Bil-  
dung größerer Kristallite, welche höheres spezifisches Gewicht  
und höhere Leitfähigkeit aufweisen.

gez. Rank

Gemeinsam mit Dr. Lemme  
Dr. Dinkler



ABSTRACTS

45. Getropfter Hydrogenation residue scholven als  
Brikettiermittel zur Ersatz von Teer für  
Elektrodenkohlerstellung.  
Solvent hydrogenation residue scholven  
as briquetting material as a substitute  
for pitch in the production of electrode  
coke.

Frans Nos. 215 - 216

Getoppter Hydrisabschlamm Scholven als  
Brikettiermittel zur Ersatz von Pech für  
Elektrodenkohlerstellung.

Zusammenfassung:

Die Großversuche zur Herstellung von getopptem Abschlam in Scholven, sowie die Brikettierung mit Magerkohle in Altstaden, sind abgeschlossen. Hierbei ergab sich, daß ohne jegliche Änderung einer normalen Brikettieranlage der getoppte Abschlam an Stelle von Pech als Brikettiermittel eingesetzt werden kann. Bei der mit Kalteinspritzung eingerichteten Kammer in Scholven können etwa 17 000 jato Brikettiermitt. hergestellt werden, wodurch aus dem hierbei freigesetzten Pech ca. 11 000 jato Elektrodenkohl hergestellt werden. Diese Umstellung kann sofort erfolgen; ebenso bedarf die Umstellung der gesamten Hydrisanlage in Scholven nur geringen zusätzlichen Kosten und Zeit. Gesamt-+Bi-+Erzeugg. ändert sich nicht. Es wird vorgeschlagen, daß dieser Weg zur Elektrodenkohlerstellung baldigst beschritten wird.

- - - - -

Die Großversuche zur Herstellung von Brikettiermittel aus Abschlam in Scholven durch Abtoppen des Abschlamms in Kugellefen und Granulierung des Produktes sind abgeschlossen. Es soll lediglich die mit direkter Wassereindühlung vorgesehene Granulierung durch eine solche mittels gekühlter Walze ersetzt werden. Der Umbau soll in etwa 14 Tagen beendet sein, so daß der gesamte Abschlam einer Kammer als Brikettiermittel abgezogen werden kann. Die Produktion soll etwa 27 000 bis 20 000 jato betragen. Die Gesamtenergieerzeugung an Bl + Benzol ändert sich nicht.

Mit dem getoppten Abschlam von Scholven wurde in Zusammenarbeit mit dem Hauptlaboratorium Stines der Zeche Altstaden unter Aufsicht von Herrn D.I. Mayer vom bergmännischen Verein, ein Brikettierversuch in der normalen Brikettieranlage Altstaden durchgeführt, wobei unter den gleichen Bedingungen wie bei Pechbrikettierung einwandfreie Briketts hergestellt wurden. Hieraus ergibt sich, daß der getoppte Abschlam von Scholven als vollwertiges Brikettiermittel anzusehen ist. Es ist vorgesehen, nach Inbetriebnahme der neuen Granulieranlage in Scholven, noch in einer oder zwei anderen Brikettieranlagen je einen Brikettierversuch durchzuführen.

Da inzwischen die Lage auf dem Gebiet der Beschaffung von Elektrodenkohl

außerordentlich schwierig geworden ist und neue Produktionen, sei es über Entschlackung von Kohle oder über entsaschte anhydrierte Kohle, sehr lange Zeit erfordern, so wäre es von größtem Vorteil, wenn man das in Scholven ausprobierte Verfahren insofern bald auf die ganze Scholvener Anlage anwenden würde. Hierdurch würden je Kammer etwa 17 000 tate Brikkettiermittel erzeugt, woraus etwa 11 bis 12 000 tate Elektrodenkoks erzeugt werden können. Die Umstellung der Brikkettierung von Fech auf getoppten Abschlam kann ohne jegliche Abänderung sofort vorgenommen werden, so daß bei Anlieferung des getoppten Abschlammes sofort die entsprechende Menge Fech freigesetzt werden kann, und diese Fechmenge könnte ausütslich in den Fechverkokungsanlagen verarbeitet werden, bezw. es müßten für diesen Zweck eine entsprechende Anzahl Koksöfen zur Verfügung gestellt werden.

Hierzu wären nach diesem Vorschlag in kürzester Zeit mindestens 11 bis 12 000 tate Elektrodenkoks zu gewinnen, die bei der Gesamtumstellung der Scholven auf die vierfache Menge erhöht werden könnten. So weit ich unterrichtet bin, sind seitens Scholven noch Preisverhandlungen im Gange, die aber sicherlich bei den für Elektrodenkoks vom Reich bewilligten Preisen keine unüberwindlichen Schwierigkeiten darstellen dürften.

*F. B.*



TITLE PAGE

46. Betreff: Elektrodenkoksherstellung in  
Blechhammer.  
In re: electrode coke production  
at Blechhammer.

Frame Nos. 217 - 219

46) Verfahren zur Elektrodenkoksherstellung  
in Blechhammer

11.11.44

Um in Blechhammer Elektrodenkoks herstellen zu können, müssen die Sumpfkammern so eingerichtet werden, dass sie mit Reinkohledurchsatz = 1 gefahren werden können. Es werden statt der 4-fach-Kammern nur 3-f-Kammern benötigt die Kreislaufmenge ist wesentlich geringer, sodass weniger Umlaufpumpen in Betrieb zu sein brauchen. Auch ist der absolute Wasserverbrauch kleiner. Die Schmelzerei wird nicht benötigt, die Schmelzerei müsste zum kleinen Teil für die Schmelzung des Filterkuchen in Betrieb genommen werden. Neu zu erstellen wären: 1. Filtrations- 2. Koker zur Verkokung des Primärbitumens und die dazugehörige Kondensation der Gase. Zu prüfen ist, ob die vorhandenen Destillationen für das Abtopfen des asphalthaltigen Filtrates verwendet oder durch geringe Änderung für diesen Zweck umgebaut werden können.

Würden z. B. 2 Kammern umgestellt ( $55,5 \text{ m}^3 \text{ HR}$ ), so könnten erzeugt werden: 120 000 t Elektrodenkoks und 100 000 t Jato  $\text{H}_1 + \text{H}_2 + \text{H}_3$ ; statt 277 000 t Sumpfkammerprodukt bei Reinkohlfahrtweise.

Hochdruckversuche Lu  
Lu 550

28.10.1941 sch 17

Verarbeitungsangabe Grossversuch Ea 804  
(Brikettierbitumen bzw. Elektrodenkoks)  
Stundenmengen bei Reaktionsvolumen 900 Liter

218

Fall I:

700 etc

0,5 Melinkohledurchsatz

450 kg Melinkohle  
27 kg Asche + Kat  
10 kg Wasser  
487 kg Anreibeeol  
226 kg Ruokobschlamm

1200 kg Brauseinspritzung

↓ Hochdruck  
17 kg abstreifer  
226 kg Ruokobschlamm  
930 kg Ruokobschlamm

Vorgesehene Verarbeitung:

930 kg abschlamm  
17 kg abstreifer  
947 kg

↓ 747 kg

↓ 200 kg

↓ 28 kg Filtr.  
Hülsen

382 kg Anreibeeol  
14 kg Benzol

Verarbeitung des Gesamtschlammes durch  
Filtration (in 40 m<sup>2</sup> in 500 Liter Filter s.  
nicht durchführbar)

930 kg abschlamm

↓ Filtration

97 kg Filterkuchen  
abgeschlammtes 60 kg

828 kg Filtrat

17 kg abstreifer  
873 kg



FILTRATION (Filter) 200 kg



747 kg

382 kg Anreiböl

24 kg Benzol

335 kg Primärbittumen  
(aschehaltig)

200 kg

28 kg Filtrationsrückstand

172 kg Filtrationsrückstand

6 kg Schweröl

↓

180 kg

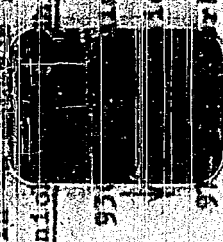
↓ Dest.

105 kg Anr'öl

70 kg Primärbittumen  
(aschefrei)

x) Von dem aschefreien Primärbittumen können pro Tag nur ca. 55 kg auf Koks verarbeitet werden. Darau arbeiten 100 kg Elektrodenkoks pro Tag d.h. 6 kg pro Stunde (=0,42% der zur dem Gesamt-Abblase erzielten Koks menge)

FILTRATION (Filter) 200 kg



928 kg Filtrat

17 kg Abtreiber

875 kg

↓ Destillation

487 kg Anreiböl

22 kg Benzol + Mittelöl

341 kg Primärbittumen (aschefrei)

↓ Verkockung

102 kg Mittelöl + Schweröl

205 kg Schwerkoks

↓ Nachglühen

190 kg Elektrodenkoks

schmelzen 125 kg RA  
→ 50 kg RA

Fall II 700 atm

219

1,0 Reinkohlsdurchsatz

- 900 kg Reinkohle
- 48 kg Asche
- 19 kg Wasser
- 967 kg Antriebsöl
- 496 kg Rückabschlamm

- 2430 kg Breieinspritzung
- Hochdruck
- 50 kg Abtreifer
- 496 kg Rückabschlamm
- 1800 kg Neuausschlamm

Vorgesehene Verarbeitung:

- 1800 kg abschlammen
- 50 kg Abtreifer
- 1650 kg

1650 kg

Toppanlage

200 kg abschlammen

Filtration

26 kg Filtrat

Verarbeitung des Gesamtabschlammes durch  
Filtration (in Anmangelis geeigneter Filter  
s. Zt. nicht durchführbar)

1800 kg abschlammen

Filtration

200 kg Filtrat

Schwelen 67 kg  
Schwelen 177 kg

1554 kg Filtrat

67 kg Schwelen

50 kg Abtreifer

Geplante Verarbeitung:

1600 kg Abschlämme  
50 kg Abstreifer  
1650 kg

1650 kg

↓ Toppumpe

257 kg Antriebsöl

95 kg Benzin + M1'01

685 kg Briquetier  
bitumen  
(aschehaltig)

200 kg Abschlämme

↓ Filtration

26 kg Filtrückstand

170 kg Filtrat

6 kg Schweißöl

175 kg

↓ Destillation

110 kg Antriebsöl

60 kg Primärbitumen  
(aschefrei)

1800 kg Abschlämme

↓ Filtration

240 kg Schweißöl

1554 kg Filtrat

67 kg Schweißöl

90 kg Abstreifer

1671 kg

↓ Destillation

967 kg Antriebsöl

100 kg B1 + M1

595 kg aschefreies Primärbitumen

↓ Verkokung

240 kg M1 + Schweißöl

267 kg Schweißöl

x) Von dem aschefreien Primärbitumen können pro Tag nur ca 35 kg auf Koks verarbeitet werden Darans werden erhalten:

15 20 kg Elektrodenkoks pro Tag

4 x 0,8 kg pro Stunde

(= 0,32% der aus dem Gesamt-  
abschlämme errechneten Koks  
menge)

Verarbeitung des Gesamtabschlammes durch  
Filtration (in 2u mangeln geeigneter Filter  
s.Zt. nicht durchführbar)

Schweilen 61 kg  
240 kg Schweißöl

240 kg Elektrodenkoks



INDEX

47. Primärbitumen für die Bitumen, sack- und urbi-  
industrie.  
Primary bitumen for the bitumen, sack  
and rubber industries.

Frame nos. 220 - 221

16. 10. 1941. Pf/Pf.

Frl. Dr. Höring

(97) Primärbitumen für die Bitumen-, Sack- und Gummiindustrie.

aus dem Besuchsbericht Op 106 ist zu ersehen, dass Stinnes sich auch nach weiteren Verwendungsmöglichkeiten für seinen Extrakt umsieht; u.a. soll er als Lackrohstoff und als Weichmacher für Kautschuk geprüft werden.

Ich habe schon seit einigen Monaten an verschiedenen Stellen Versuche laufen, um Primärbitumen auf seine Eignung als Austauschstoff für Erdölbitumen zu prüfen und zwar folgende:

1.) Zum Kaschieren von Säcken:

Für Stickstoffversand Oppau wurde eine Bitumenkomposition bestehend aus ca. 55 % Primärbitumen Rest Abstreiferschweröl hergestellt, welche sich in der Wasserdampfdurchlässigkeit genau so gut verhält wie Erdölbitumen; Teerbitumen zeigt diese günstige Eigenschaft nicht. Aus diesem Grunde wurde eine grössere Probe von 400 kg hergestellt und nach dem Werk Krappitz der Natronag Berlin geschickt, welche Papiersäcke damit imprägniert. Von dem Resultat erhalten wir Kenntnis.

2.) Die Abteilung Sack der Colorist. Abtlg. hat Proben sowohl an Primärbitumen wie auch Mischungen von Primärbitumen + Abstreiferschweröl erhalten zur Prüfung als Farbenbindemittel im Austausch gegen Gilsenit Asphalt.

2 b.) Dasselbe Stelle hat weitere Proben P.B. erhalten, um dasselbe in emulgierter Form als Bindemittel für Zeitungsschwarzfarben zu prüfen.

3.) Die Abteilung Kure hat das Bitumen in emulgierter Form gewünscht als Bindemittel für emulsionsgebundenes Kunstleder. Es gelang nach längeren Versuchen, sowohl Bitumen als auch Mischungen von Bitumen + Abstreiferschweröl mit Hilfe von hoch polymerem Vinyl-Butyl-Aether, - Collagral + polymerisierte Acrylsäure und Casein eine etwa 50 %ige Bitumen-Emulsion herzustellen, welche z. Zt. geprüft wird.

193832

4.) Herr Dr. Hbert vom Kautschukbetrieb hat eine rössere Probe Primärbitumen erhalten zur Prüfung als Weichmacher, Vulkanisationsbeschleuniger sowie bei Verwendung in grösserer Menge und molekular verteilt im teilweisen Austausch gegen Gasruss; hierfür dürfte besonders die benzolunlösliche Komponente geeignet sein.

5.) Weitere Versuche sind im Gange, das Bitumen in emulgierter Form auch für die Papierleimung heranzuziehen, wobei es gleichzeitig als Schwarzpigment dienen könnte. Die Ansprüche an eine solche für Papierleimung geeignete Bitumenemulsionen sind allerdings hoch, besonders hinsichtlich der Teilchengrösse; die Versuche zur Herstellung einer besonders feindispersen Emulsion <sup>5. nc</sup> noch nicht zum Abschluss gekommen.

gez Pfirmann



APPARATE

48. Apparate zur Ausführung von Filtrations-  
versuchen.  
Equipment for carrying out filtration  
experiments.

Frame nos. 222 - 223

Apparate zur Durchführung von Filtrationsversuchen.

Nachstehende Einrichtungen zur Durchführung von Filtrationsversuchen sind im Hochdruck vorhanden:

- 1.) Labor Dr. Lemme;  
Porzellannutsche verschiedener Durchmesser mit und ohne Dampfheizung.

Zur Bestimmung der Filtrationszeit im Labor wird im allgemeinen eine dampfheizte Porzellannutsche von 7,0 cm  $\varnothing$  verwendet.

- 2.) Labor Dr. Pfirrmann:  
2 x Druckfilter von 90 cm<sup>2</sup> Filterfläche, 5 atm Druck.

Die Filter dienen zum Ausprobieren der verschiedenen Drahtgewebe für Feinfiltration.

1 Druckfilter mit ca. 900 cm<sup>2</sup> Fläche zum Ausprobieren von Geweben mit Filterhilfe im Bau, dito 1 Innendruckfilter; die Filter werden z. Et. montiert.

- 3.) Lu 715, Rückstandsaufarbeitung.  
3 Druckfilter mit je 280 cm<sup>2</sup> Filterfläche, Filtermedium: Stein- oder Drahtgewebe, 20 atm Druck, 12 Ltr. Inhalt  
1 Druckfilter mit 700 cm<sup>2</sup> Filtermedium Stein, 25 atm Druck, Inhalt 40 Ltr.  
2 Druckfilter mit je 1900 cm<sup>2</sup> Filterfläche, Filterstein, 20 atm Druck, 120 Ltr. Inhalt.

Mit diesen letzteren Filtern wird der Anfall des Extraktionsofen 451 laufend aufgearbeitet.

Die dabei erzielten Filterleistungen betragen 400-600 kg Aufgabemut/m<sup>2</sup> Filterfläche und Stunde, die Aschengehalte des Filtrats 0,03% Asche, bzw. 0,07 im Primär-Bitumen.

Im Zusammenhang mit dem Extraktionsversuch in Kammer 804 sind nachstehende Filter aufgestellt und werden z. Et. fertig angeschlossen.

- 1.) Das Drehfilter von Scholven (etwa  $1 \text{ m}^2$ ), ein normales Drehfilter in geschlossener Bauart.
- 2.) Das Drehfilter von Leuna (etwa  $1,2 \text{ m}^2$ ) mit Anmischbehälter zur Auftragung von Filterschichten.  
Diese beiden Filter sind nahezu fertig, zu Zt werden die Leitungen isoliert, der Antrieb und die Messinstrumente eingebaut, sie dürften etwa Ende der kommenden Woche betriebsfertig sein.
- 3.) 1 kleine SteinfILTERKERZE  $0,25 \text{ m}^2$  für Drucke bis 20 atm und  $180^\circ$  ist fertiggestellt, muss aber noch montiert werden.
- 4.) Das bei Schlichtermann-Kremer-Baum & Co., Dortmund bestellte Druckzellenfilter ist noch nicht geliefert, die dafür nötigen Gefässe und Leitungen sind aber in Vorbereitung.

gez Pfirrmann



INDEX

49. Verarbeitung von schlesischer Kohle auf  
Schweröl und Elektrodenkoks.  
Working Silesian coal for heavy  
oil and electrode coke.

Frags Nos. 224

Kochdruckversuche  
Ln 558

49

Frl. Dr. Herzog

29.9.1941 v. 9 Uhr / 91.

Verarbeitung von schlackenschwerem Koks in einem Hochdruckkessel (Eisenbetonkessel)

(unter Zylinderbedeckung der unteren Zylinder des 10 Liter. Ofens und der Druckdestillation bei 200 kg/cm<sup>2</sup> und 200°C, 2 x 2 Stunden)

224

1 300 kg Koks (80,5 % C; 11,5 % H<sub>2</sub>; 7,0 % N; 2,0 % Asche)

10 kg Katalysator

10 kg H<sub>2</sub>O

10 kg Asche (einheitl. 1,2 % N)

10 kg Hydratohale, 10 kg Eisen

2 100 kg Ammoniak (-Mitteltemperatur 200°C)

2 500 kg Rückfluss

2 100 kg H<sub>2</sub>O

Chem. Erstickung  
(Druckdestillation  
auf Koks)

1 504 kg Dest. (7,5 % Asche)

1754 20 4111

FAUCO  
Fest  
6 ver  
Verschleißung (30 x 150 mm)

70 x 150 mm

Therm. Krachung  
(Druckdehnung  
auf Koks)

100 x 100 mm (0,5 x 100)

(Heide)

A

A

heide

224



50. .ktennotiz über Filtriersuche aus dem  
Jahre 1937.  
Remarks on filtration experiments  
from the year 1937.

Frame nos. 225 - 227

(50) Aktennotiz über Filtrierversuche aus dem Jahre 1937.

Im Zusammenhang mit Filtrierversuchen waren im Jahre 1937 orientierende Versuche ausgeführt worden, die ermitteln sollten, welche Bestandteile der Asphalte die Filtriergeschwindigkeit asphalthaltiger Öle am stärksten beeinflussen.

Zu diesem Zwecke wurde die Filterdurchlaufgeschwindigkeit eines Erdölrückstandes der nur Asphalt (ca. 20%) und praktisch keine festen Anteile enthielt, verglichen mit der Filterdurchlaufgeschwindigkeit desselben Rückstandes, aus dem verschiedene Asphalt-Komponenten entfernt, bzw. nach der Entfernung wieder zugegeben worden waren. Die einzelnen Bestandteile, in die der Rückstand mit Hilfe selektiver Lösungsmittel zerlegt wurde, waren folgende:

1. Öl
2. Ölharze nach Asphaltfällung adsorbiert mit Fullererde
3. Asphaltharze
4. Asphaltene gefällt mit Pentan.
5. Carbone

Bei der Prüfung, welchen Einfluss die einzelnen Komponenten auf die Filterdurchlaufgeschwindigkeit besitzen, zeigte sich - wie zu erwarten - , daß sowohl das Öl allein als auch das Öl nach Zugabe der Ölharze wesentlich bessere Filtriergeschwindigkeiten (bei 100 - 200°) als der ursprüngliche Rückstand vor der Zerlegung besitzen. Ein Unterschied zwischen der Filtriergeschwindigkeit des Öls allein und des Öls mit den Ölharzen bestand praktisch nicht.

Die Zumischung der getrennten Asphaltharze zum Öl bzw. zum Öl mit Ölharzen mußte mit Hilfe von Lösungsvermittlern (z.B. Pyridin) erfolgen. Die Asphaltharze wurde hierbei in Pyridin gelöst, die Lösung dem Öl zugegeben und das Pyridin auf dem Wasserbad vorsichtig abgedampft. Ohne Anwendung von Lösungs-

vermittler erhielt man Suspensionen, die im mikroskopischen Bild eine verhältnismäßig grobe Dispersion zeigten. (Agglomerierte Asphaltharze schwammen in Öl und lösten sich auch nicht bei erhöhter Temperatur z.B. 150°C). Bei Anwendung von Lösungsvermittlern waren die Suspensionen wesentlich feiner, ein vollständig homogenes mikroskopisches Bild war jedoch nie zu erhalten. Es wurde daher vermutet, daß die Asphaltharze sich durch die Ausfällung chemisch verändern und daß mit den veränderten Asphaltharzen das ursprünglich kolloidale System von Asphaltharzen in Öl praktisch nicht mehr herzustellen ist.

Die Filterdurchlaufgeschwindigkeit der Lösung von Asphaltharzen in Öl bzw. in Öl mit Ölharzen war wesentlich schlechter als die des Öls allein. Sie war jedoch besser als die des Erdölrückstandes vor der Zerlegung.

Die Schwierigkeiten, einwandfreie Lösungen herzustellen, zeigten sich in verstärktem Maße bei Zugabe von Asphalthenen. Die Zugabe erfolgt hier einmal in Öl allein, ferner in Öl mit Ölharzen und schließlich zu Öl, Ölharzen und Asphaltharzen. Es mußten dabei verhältnismäßig große Mengen Lösungsvermittler angewandt werden, etwa die gleiche Menge wie Öl, um Lösungen herzustellen, die im mikroskopischen Bild einigermaßen homogen waren. Ließ man diese Suspensionen jedoch längere Zeit stehen (z.B. 4 Wochen), so zeigte sich bei mikroskopischer Prüfung, daß in der Flüssigkeit am Boden des Gefäßes die Konzentration an Asphalthenen größer war als an der Oberfläche. Hiermit war der Beweis erbracht, daß die Lösung nicht fein dispers war und daß die in das Öl eingebrachten Asphalthene sedimentierten.

Die mangelhafte Verteilung der Asphalthene zeigte sich auch bei Ermittlung der Filterdurchlaufgeschwindigkeit, die bei manchen Proben größer war als die des ursprünglichen Erdölrückstandes.

Die Carbone waren nach der Ausfällung chemisch soweit verändert, daß sie überhaupt nicht mehr in Lösung zu bringen waren, auch nicht mit großen Mengen Lösungsvermittlern. Ver-



...aber das Fehlen einer ...  
durchlaufende ...

Es dürfte ... sein, diese ...  
aufzunehmen. Insbesondere ...  
Versuche auszuweisen auf ...  
wie z.B. ...

... Thema

REFERENCE

51. Über die Herstellung von Elektrodenkoks und niedrigstschmelzender Schwefel durch Druckverschmelzung von Primärbitumen.  
The production of electrode coke and low temperature coal tar of low pour point by low temperature carbonization of primary bitumen.

Trans. Soc. 228 - 230

Vorläufige Mitteilung

(51) Über die Herstellung von Elektrodenkoks und niedrigstockendem Schmelzöl durch Druckverschmelzung von Primärbitumen.

Die normale Verschmelzung von Steinkohle-Primärbitumen oder anhydrierter Kohle gibt gewisse Teerausbeuten, die zwischen 30 und 50 % liegen; der Teer hat aber einen hohen Stockpunkt und enthält einen großen Prozentsatz Bitumen; das anhydrierte Produkt ist unter den Schmelbedingungen halb destillierbar und schäumt heftig; der Koks ist deshalb stark gebläht. Durch Koksrückführung kann man den Bestand hegen; es ist aber technisch unbefriedigend, etwa 75% - 80% Koks zur Rückführung zu müssen.

Versuche, das Primärbitumen unter Druck zu verschmelzen, haben sofort guten Erfolg gebracht; das Aufschäumen ist beseitigt, der Koks ist dicht und hart, das Schmelzöl ist bitumenfrei und hat einen tiefen Stockpunkt.

Die Verschmelzung wurde durchgeführt bei einem Druck von 12 atm mit Wasserstoff als Spülgas; dabei braucht man nur 450 - 475° Schmeltemperatur, also wesentlich weniger als beim Schmelzen ohne Druck. Die Druckabhängigkeit scheint nicht sehr groß zu sein, bis jetzt wurden bei 6, 12 und 18 atm praktisch dieselben Resultate bei 475° erzielt.

Diese Vorversuche wurden zunächst mit aus Saarkohle "Kohlwald" hergestelltem Primärbitumen durchgeführt, das schon über ein Jahr im Freien gelagert war.

Die Resultate bei 12 atm, 475° waren folgende:

Schmelzöl	Schmelzkoks	Schmelzwasser	Gas + Verlust
29,3%	59,8%	1,4%	3,5%

Das erhaltene Schmelzöl wurde in 2 Fraktionen aufgefangen, die



folgenden Analysedaten zeigen:

	74,5 % Leichtes Destillat	26,5 % schweres Destillat
H <sub>2</sub> O	6,6	3,6
Asphalt	0,2	0,8
spez. Gewicht	0,992/20°	1,022/20°
Phenole	18,2	11,3
Stockpunkt	-	- 19°
Siedeanalyse nach Engler-Beginn	78°	95°
- 200°	10,4%	2,9%
- 250°	39,6%	17,2%
- 325°	78,4%	64,3%
- 350°	85,1%	74,9%

Selbst das schwere Öl, das nur etwa 1/4 der Gesamtmenge ausmacht, hat noch einen Stockpunkt von - 19° und besteht zu rund 75% aus Destillat bei 350°; schwere hochstockende Anteile sind also nicht vorhanden.

Der Schwelkoks hatte im Mittel von 4 Versuchen einen Aschgehalt von 0,3%, was im Hinblick auf die lange Lagerung als sehr gut bezeichnet werden muß. Der Gehalt an Flüchtigen war 7%, was in Anbetracht der niedrigen Schweltemperatur von 475° bemerkenswert ist.

Weitere Versuche wurden mit Bitumen durchgeführt, das im Ofen 451 aus Oberschlesischer Kohle hergestellt ist; die Druckschwelddaten liegen ähnlich wie bei obigen Bitumen:

Vers.Nr.	Ausgangsmaterial	Schwelöl	Schwelkoks	Gas u. Verl.	Bemerkungen
470/25	Festbitumen 451	31 %	59,4 %	9,6 %	12 atü
470/26	" "	30 %	60,0 %	10,0	18 atü
470/23	Filtrat 451	36,7 %	45,8	17,5	Filtrat enthält 12% Anrabeöl u. 38 % Fest- bitumen.
470/22	" "	39,4 %	51,7	8,9	

Analysen des Öles liegen noch nicht vor. Die höhere Clausbeute beim Verschwelen des Filtrates gegenüber dem abdestillierten Festbitumen ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, daß bei der Destillation des Anreibeöls schon ein Teil des im Bitumen vorliegenden Hydroöls mit wegdestilliert wird.

Es sind n.Zt. Versuche im Gange, eine aus dem Schweißöl hergestellte Fraktion von  $200^{\circ}$  -  $300^{\circ}$  zum Anreiben zu benützen. Die bisherigen Resultate sind nicht ungunstig.

Um mehr Öl für die Anreibung zu erhalten, wird die Druckschweißapparatur n.Zt. umgebaut und verbessert, außerdem ist eine neue Koksammer in Auftrag gegeben.

gez. Pfirrmann

1911

52. Versuche zur Gewinnung von Primärbitumen  
für die Herstellung von Elektrodenkoks.  
Experiments for the production of  
primary bitumen for the manufacture of  
electrode coke.

Pages Nos. 231 - 234



Versuche zur Gewinnung von Primärbitumen  
für die Herstellung von Elektrodenkoks.

(Vorläufiger Stand)

Versuche zur Gewinnung von Primärbitumen wurden im 10 Ltr.-Ofen 451 zunächst mit der Kohle 1197 (Reinitzgrube) (80,8 % C) durchgeführt, da deren Eigenschaften aus Versuchen zur hydrierenden Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl und auf Schwerölüberschuß bekannt sind. Hierbei wurden bisher Durchsatz, Temperatur und Druck variiert. Anfangs wurde mit Mittelöl 200-300° aus Steinkohlenhochtemperaturteer angetrieben, dann mit Rücklauföl, das zur Zeit mit geringen Mengen Teermittelöl ergänzt wird.

Diese Fahrweise auf Primärbitumen bietet hochdrucktechnisch keine besonderen Schwierigkeiten. Dagegen ist die Technik der Abschlamffiltration und die der Primärbitumenverkokung noch zu entwickeln.

Die ersten Versuche wurden bei 300 atm und mit Durchsatz 0,4 angestellt. Bei und unterhalb 22 mV lag der Abbau <sup>1)</sup> unter 80 %. Die Filtrierzeiten waren auch bei Verdünnung des Abschlammes mit Anreibeöl 1:1 ungenügend, doch war eine Besserung mit steigender Temperatur deutlich erkennbar. Diese Unterschiede zu früheren Extraktionsversuchen, in denen bei rd. 21,5 mV gefahren worden war, sind zum mindesten teilweise apparativ bedingt. Gegenüber dem Schlangenofen ist im hier verwendeten normalen 10 Ltr.-Ofen die Verweilzeit auf Reaktionstemperatur kürzer.

Die Erhöhung der Temperatur auf 23,5 mV ergab eine erhebliche Verkürzung der Filtrierzeiten. Der Abbau erreichte 88,5 % (1 Wert). Damit ist allerdings, wie zu erwarten, ein Anstieg der Vergasung und zwar auf mindestens 8 % (vergastes C) der Reinkohle) verbunden.

Der Übergang auf 600 atm bei sonst gleichbleibenden Bedingungen ließ die Filterleistungen absinken. Dies dürfte die Ergebnisse früherer Versuche bestätigen, wonach mit steigender Aufhydrierung

1) mit Anreibeöl bestimmt, siehe beiliegende Kurve,

die Filtrierbarkeit nachläßt. Die dann vorgenommene Steigerung des Durchsatzes von 0,4 auf 0,5 und 0,6 scheint nach den ersten Werten auf die Filtrierbarkeit des Abschlammes keinen großen Einfluß zu haben. Die Druckerhöhung wird vermutlich eine Verminderung der Vergasung bewirken.

Proben der bei 600 atm erhaltenen <sup>weniger gut filtrierbaren</sup> Abschlämme wurden in einer Reihe von Versuchen zur Dunnschichtfiltration <sup>geprüft</sup> <sup>1)</sup>. Hierbei wurden Filtrierzeiten ermittelt, die nach Beurteilung von Dr. Pfirrmann einer Filtrierleistung von rd. 600 kg/h (ohne Manipulationszeit) entsprechen und <sup>durchaus befriedigend</sup> <sup>technisch ausreißend</sup> <sup>wären</sup>.

Die im Betrieb mit geringerer Filterleistung gewonnenen Filtrate enthielten im Mittel rd. 0,03 % Asche - die von Dr. Pfirrmann noch weniger, woraus sich für den Koks aus Primärbitumen ein Aschegehalt von etwa 0,15 % errechnet (zulässige Grenze 0,6 %).

Auf Grund der vorliegenden noch unvollständigen Unterlagen ergeben sich durch Überschlagsrechnung die in anliegender Tabelle genannten Ausbeuten.

In einem mit einer Primärbitumenverkokung gekoppelten Großbetrieb könnte das Anzeibeöl, falls nötig, wahrscheinlich durch das Schwelmitteöl ergängt werden, sodaß außer einem einmaligen Einsatz kein Fremdbezug von Ölen erforderlich wäre. Hierüber werden sich Feststellungen erst nach Ausbildung einer geeigneten Schwelmethode machen lassen. Vorerst soll die Extraktion mit Sumpffphasehydriermittelöl aus Steinkohle geprüft werden, das leichter als Teermittelöl zu beschaffen sein würde.

gez Hupfer

1) ausgeführt von Dr. Pfirrmann.

Anlagen

Vorläufige Schätzung der Ausbeuten  
von Fahren der Kohle 1197 auf Primärbitumen.

Kohle	Asche % a. T.K.	5.4
	C % a. R.K.	80.8
Durchsatz	kg Kohle/Ltr. Ofenvol. /Std.	0.4
Kontakt	FeSO <sub>4</sub> a. aufgetränkt % a. T.K.	1.2
Druck	atm	300
Temperatur	°C	450
Anreibung		1:1
Art des Anreiböls		Rücklauföl aus Steinkoh- lenteormitteln 200-300°C
Abschlammrückführung		1 : 0,3
<b>Ausbeute:</b>		
	Primärbitumen % a. T.K.	65
	Benzin -200° einschl. Gasbenzin % a. T.K.	1.5
	Wasserneubildung % a. T.K.	1.0
	Vergasung (vergastem C % v. C des R.K.)	10.0



Altam fu stignitulu Tempuraturam

Duradnes 04, 300 atm

90  
atm

90

80

70

60

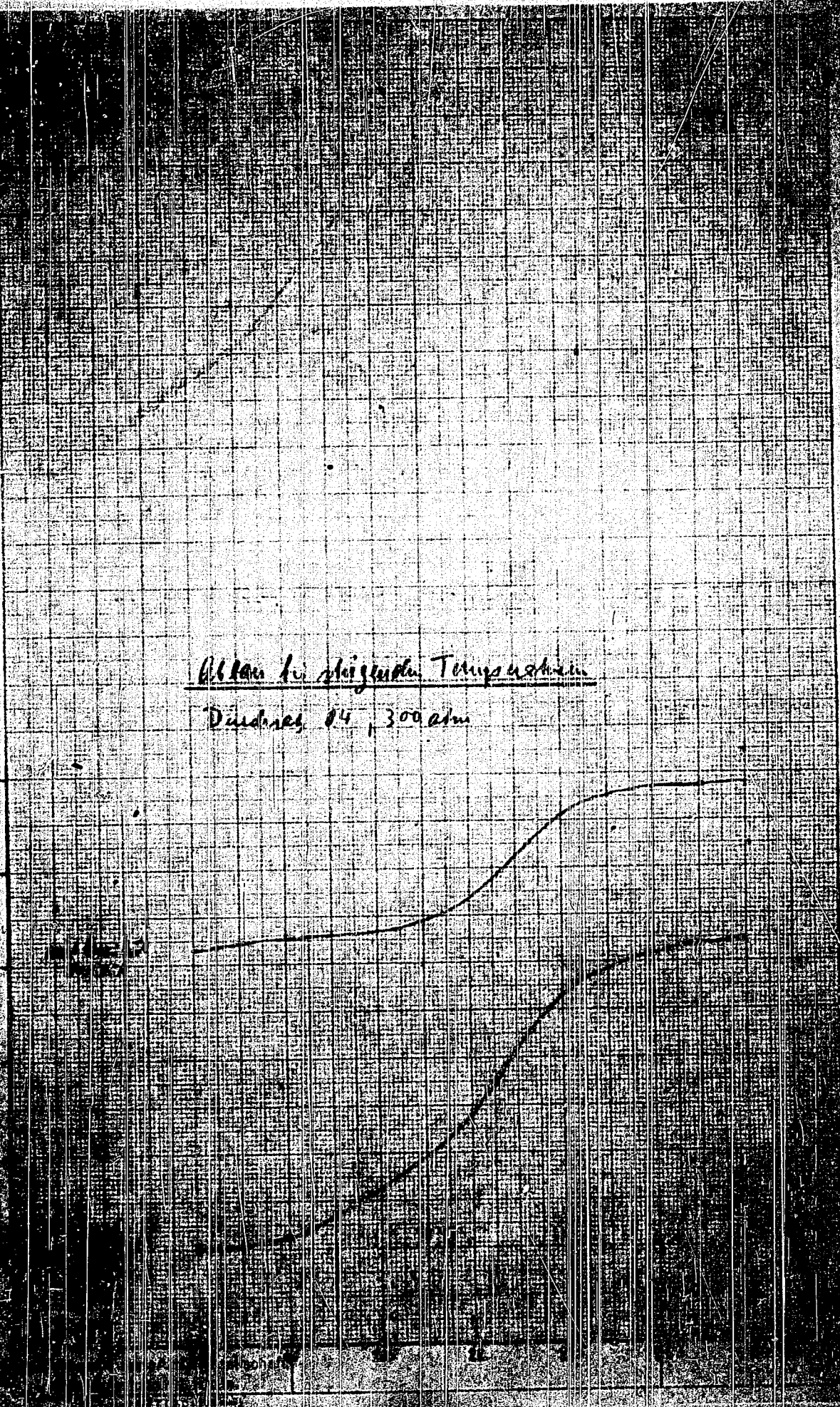
50

40

30

20

10



INDEX

53. Beeinflussung der Filtriergeschwindigkeit  
von bituminösen Hydrierprodukten.  
Influencing factors on filtration  
velocity of bituminous hydrogenation  
products.

Tran. Inst. 235 - 238

Beeinflussung der Filtriergeschwindigkeit  
von bituminösen Hydrierprodukten.

Es war den meisten Kohlen beobachtet worden, dass eine zu weitgehende Aufhydrierung bei der Umwandlung in Primärbitumen die Filtriergeschwindigkeit absinken lässt. Auch konnte stets die Erfahrung gemacht werden, wenn beim Anfahren in Br-mangelung von eigenem Rückabschlamm Hydrierungsabschlamm zum Verdicken des Anreibungsöles verwendet wurde, der Kohlenaufschluss nicht zu filtrieren war, und erst nach Verlauf einiger Tage wieder in Ordnung kam. Auch nahezu Asche und C-freie Abschlämme aus der Weiterhydrierung von Primärbitumen lassen sich auch mit Anreibölverdünnung viel schlechter filtrieren als der Abfluss selbst.

Nachstehend sind einige Versuchsergebnisse angeführt, welche bestätigen, dass auch bei nachträglichem Zusatz von Hydrierungsabschlamm zu Kohlenaufschlüssen schon bei ganz geringen Anteilen die Filtriergeschwindigkeit stark absinkt.

Verwendet wurde ein Aufschluss von oberschlesischer Kohle mit einem Anreibungsverhältnis von 1:1, dem als Verdünnung 25% Anreiböl 200°-300° vom Ofen 470 zugesetzt war; zu diesem Aufschluss wurden steigende Mengen Scholvener Schleuderrückstand von 1-15% zugefügt und die Filtrierzeit auf einer Rutsche von ca 40 qmm Filterfläche bestimmt, nach dem die Mischung 3 Stunden bei der Filtertemperatur von 150° intensiv durchgerührt war. Die Filtrierzeit für 100g <sup>verdünntes</sup> Material waren folgende:

Zusätze	Filtrierzeit		Leistung qm/h
	Min.	Sek.	
Originalaufschluss	-	54,8	1 640 kg
+1,0% Schleuderrückst.	1	17,6	1 150 "
+ 4% "	1	57,2	766 "
+ 8% "	2	11,4	683 "
+15% "	2	42,6	553



- 2 -

Trägt man die Filtrationsdauer des verdünnten Kohlenaufschlusses in Sekunden in Abhängigkeit von den prozentualen Zusätzen an Hydrierückständen graphisch auf, so erhält man nachfolgende Kurve, (siehe Anlage)

Weiter wurde versucht, ob die Art der Asche einen Einfluss auf die Filtrationszeit ausübt. Zu diesem Zweck wurde aus obigem Schlenderrückstand sowie Abstreiferschweröl zunächst durch Filtrieren ein festfreies Öl hergestellt und dazu einmal feinstgemahlene Kieselsäure in verschiedenen Mengen als Typ für eine sauerwirkende Asche und einmal Kohlensäure-Kalk als basischer Bestandteil zugesetzt und nach 3 stündigem Verrühren bei ca 140° die Filtrierzeiten bestimmt für je 100g der Mischung.

Es wurden folgende Filtrierzeiten ermittelt jeweils für 100g Filtergut auf einer Filternutsche von ca 40 qcm.

Ausgangsmat.+Zusätze	Filterzeit sek.	Asche im Filtrat	Bemerkungen
<u>Abstreiferschweröl, asche-</u> <u>frei v. Of. 451, allein</u>	108	0,03	
dito + 1 % SiO <sub>2</sub>	145	0,02	
dito + 1 % Ca CO <sub>3</sub>	19	Spuren	ca 6fache Lei- stung
<u>Abstr. Schweröl, asche-</u> <u>frei v. Of. 451 allein</u>	125	0,006	
dito + 10% SiO <sub>2</sub>	105	Spuren	
dito + 10% Ca CO <sub>3</sub>	20	0,02	ca 6fache Lei- stung
<u>Schleuderöl II asche-</u> <u>frei allein</u>	13	0,02	
dito + 1 % SiO <sub>2</sub>	77	0,02	
dito + 1 % Ca CO <sub>3</sub>	16	0,02	

Wie aus der Tabelle hervorgeht, haben SiO<sub>2</sub> und Ca CO<sub>3</sub> auf die Filtrierzeiten der aschefreien (filtrierten) schweren Hydrieröle ganz verschiedenen Einfluss. Während SiO<sub>2</sub> in den Grenzen von 1%-10% die Filtrierzeiten nicht stark, meist nach der negativen Seite beeinflusst bezüglich der Zusatz von kohlensaurem Kalk die Filtrationsgeschwindigkeit sehr stark; bei den Abstreiferschwerölen ist mit 1 % bzw. 10% Ca CO<sub>3</sub>-Zusatz eine 6 mal so grosse

Leistung festzustellen; bei festefreiem Schleuderöl II ergibt zwar der Kalkzusatz keine Verbesserung der allein schon guten Filtriergeschwindigkeit, aber auch hier zeigt sich, dass  $\text{Ca CO}_3$ -Zusatz eine ca 5 mal günstigere Wirkung ausübt als Zusatz gleicher Menge  $\text{SiO}_2$ . Hydriermittelöle werden durch beide Zusätze praktisch nicht beeinflusst.

Die z. T. ausserordentliche Verbesserung der Filtrierleistung durch Zusatz von  $\text{Ca CO}_3$  scheint auf einer Ausflockung der Hochmolekularen (-sauren) Schleimstoffe auf dem alkalischen kohlen-sauren Kalk zu beruhen. Dafür spricht die Zunahme des Filtrerrückstandes, der bei 1% Zusatz 46 %, bei 10 % Zusatz nur 11,3% beträgt im Falle von Abstreiferschweröl; im Falle von Schleuderöl sind die entsprechenden Zahlen 80 % bzw. 12,5 %, d. h. auf der geringeren Menge Kalk wird prozentual mehr von den sauren Schleimstoffen niedergeschlagen als auf der 10 fach grösseren Kalkmenge weiter spricht dafür, dass gefällter kohlen-saurer Kalk eine bessere Wirkung zeigt wie kristalliner  $\text{Ca CO}_3$ , z. B. gemahlener Marmor. Bei den entsprechenden Zusätzen von gemahlendem Marmor ist sowohl die Filterzeit etwas höher als auch die Zunahme im Filtrerrückstand etwas geringer.

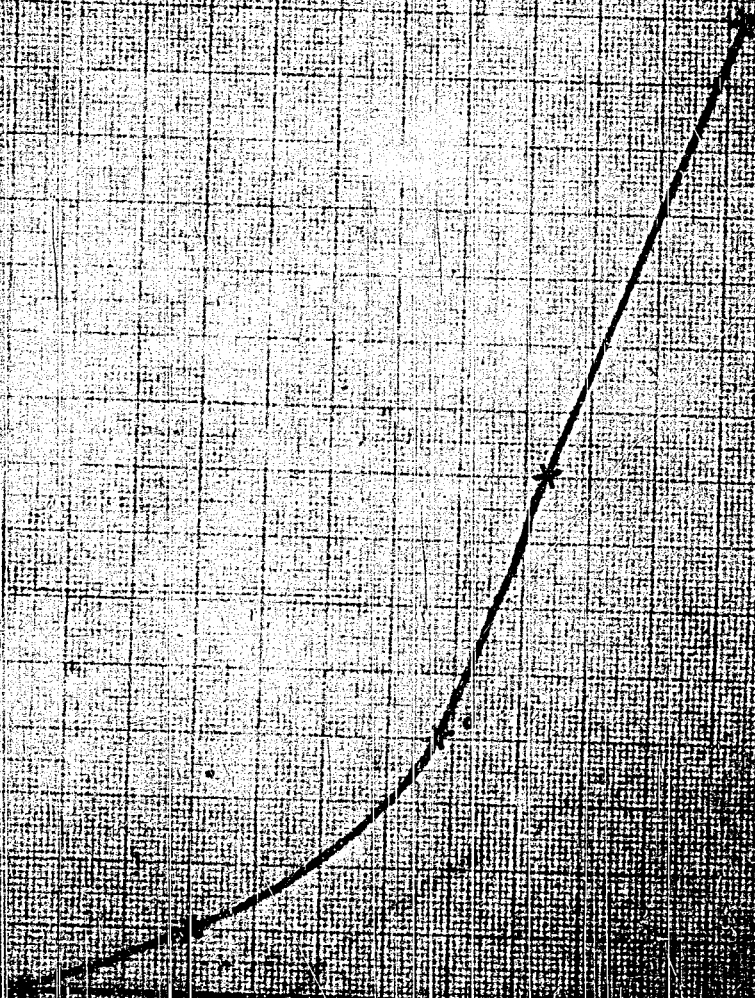
Leider ist die Wirkung von  $\text{Ca CO}_3$  auf die aschehaltigen Filtrierabschlämme nicht mehr so ausgeprägt, da die Filterzeiten an sich zu hoch liegen, es tritt zwar eine Verbesserung von ca 300 % bei Zusatz von 1 %  $\text{Ca CO}_3$  und um weitere 25-30 % ein, wenn man den  $\text{Ca CO}_3$  Zusatz von 1 % auf 10 % erhöht, doch ist die erreichte Gesamtfilterzeit noch ungenügend; die Versuche werden fortgesetzt.

gez. Pfirrmann

Gemeinsam mit:  
Dr. Lemme

Einfluss  
des Wasser gehalts auf die Fließ  
zeit von asphalt in von Bitumen  
lösungen  
(Primärbitumen)

Fließzeit in Sekunden





1911

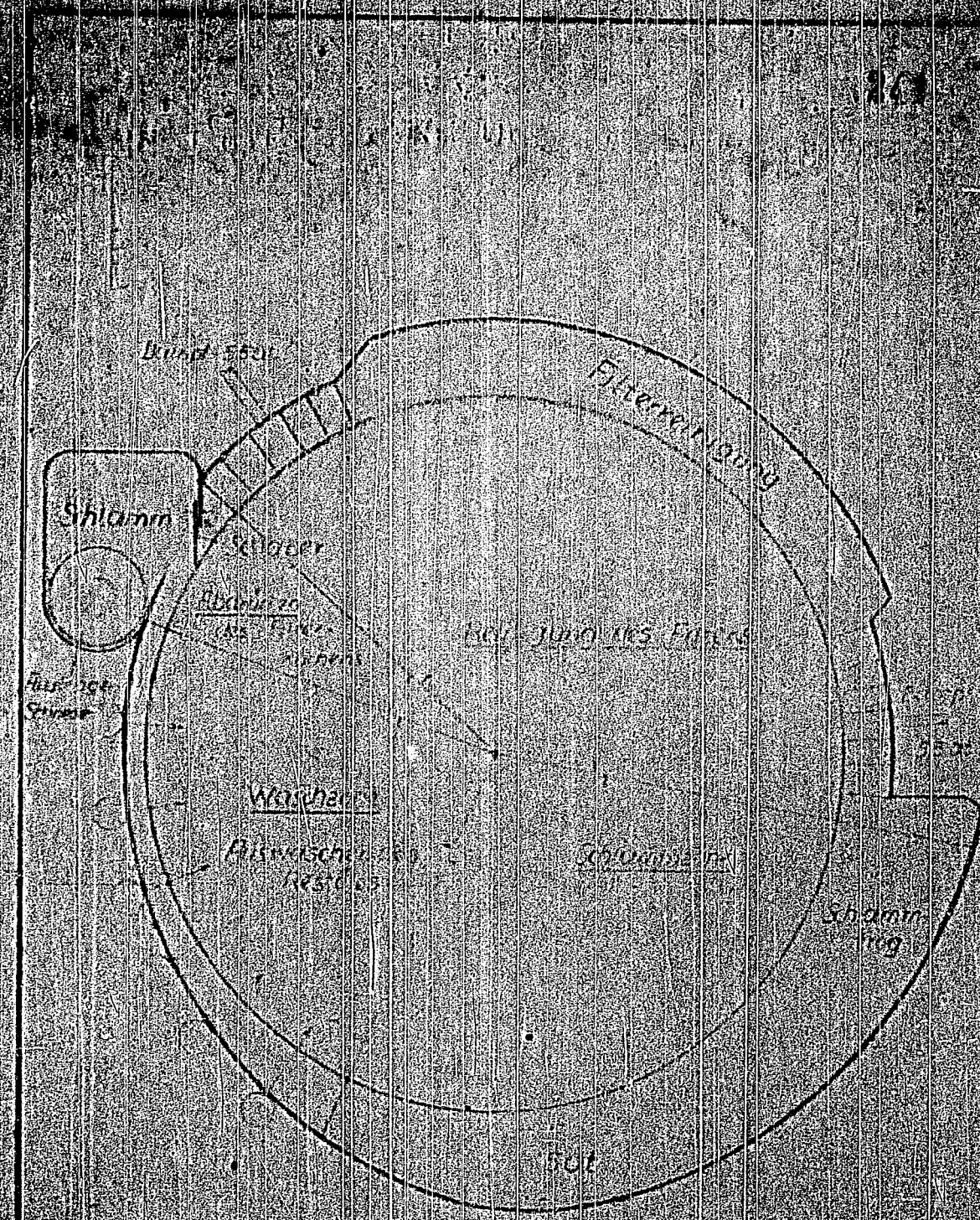
54. Filtration von anhydrierter Kohle.  
Filtration of slightly hydrogenated  
coal.

Frame Nos. 239 - 241



... ..  
... ..  
... ..





35. Betriebskostenvergleich Schmieröl -  
Primärbitumen bei der Filtration mit  
technischen Druckfiltern.  
Cost comparison of lubricating oil  
and primary bitumen when filtered on  
commercial pressure filters.

Page Nos. 242 - 247



55







245







59. Einfluss des Kohlepreises auf die Herstellungskosten  
von Asphaltbitumen.  
Influence on the price of coal on the  
cost of manufacture of primary bitumen.

Frage Nos. 240 - 251



(5) Einfluss des Kohlepreises auf die Gestein-  
kosten von Primärbitumen.

248

Dieser Rechnung sind Kohlepreise oberschlesischer Becken zu Grunde gelegt, zuzüglich eines Prechtsatzes von Mk. 2,50-5,50.

Energiekohle Grundpreis u. Kohle f. Extraktion..... Mk. 6,50/to  
Kohle z. Kraftgas erzeugung... Mk. 11,50/to.

Für Koks wurde ein Preis eingesetzt, der 4.-Mk über dem von Hydrierkohle liegt, wobei für diese ein Preis von Mk. 18.-/to angenommen wurde. (Preis ab Woche 15.-Mk.)

Es wurde nun die Preiserhöhung jeweilig nicht nur für die zur Extraktion gelangende Kohle gerechnet, sondern um den gleichen Betrag auch für die Energiekohle, Kohle zur Heizgas erzeugung und den Koks. Die Tabelle 1 enthält die Energie- und Wasserstoffpreise in Abhängigkeit vom Kohlepreis, Tabelle 2 die Kostenschätzungen für Primärbitumen (analog Schätzung vom 2.8.39) für eine Verarbeitung von 200 000 Jato (Rein-) Kohle unter Einsetzung der Zahlen aus Tabelle 1. Im Kurvenblatt ist schliesslich die Abhängigkeit des Primärbitumen-Gesteinpreises vom Kohlepreis graphisch dargestellt. Es ergibt sich, dass einer Erhöhung der Kohlepreise um Mk. 1.-/to eine Erhöhung des Primärbitumen-Gesteinpreises um Mk. 2,30/to entspricht.

18311

Tabelle 1

249

Energien:

<u>Kohlepreis:</u> 6300	9.-/to	10.-/to	11.-/to	12.-/to
to H-Dampf	3,45	3,61	3,76	3,92
to R-Dampf	3,25	3,39	3,53	3,67
zu Strom	1,4	1,43	1,46	1,5

<u>(Kreftgas) -Kohlepreis:</u>	14.-/to	15.-/to	16.-/to	17.-/to
Heizgas/m <sup>3</sup> à 1000 Wz	5,20	5,44	5,66	5,88

<u>Kokspreis:</u>	22.-	23.-	24.-	25.-
Wasserstoff/m <sup>3</sup>	5,14	5,217	5,294	5,371

Tabelle 2

250

W/ta anfall. (Primärbitumen + Bi + Mi.)

Extraktkohle u. Energiekohle:	9.-	10.-	11.-	12.-
Kohle f. Heizgas erzeugg.	14.-	15.-	16.-	17.-
Koks f. H <sub>2</sub> -Erzeugung:	22.-	23.-	24.-	25.-
-----				
Kohle f. Extraktion 1,365 to	12,30	13,65	15.-	16,40
Wasserstoff 480 m <sup>3</sup>	24,62	25,02	25,40	25,80
Gas-Gutschrift 285m <sup>3</sup>				
Kontakt:	0,30	0,30	0,30	0,30
Energien:				
1,88 t Dampf	6,30	6,58	6,86	7,12
1130m <sup>3</sup> Kraftgas	5,88	6,15	6,40	6,65
70m <sup>3</sup> Wasser	1,40	1,40	1,40	1,40
184 KW Strom	2,58	2,63	2,68	2,76
Möhne:				
2,58 A'std. à 1,20	3,10	3,10	3,10	3,10
+ 50%	1,55	1,55	1,55	1,55
Reparaturen:				
6,5% v. 13,1 Mill.	5,07	5,07	5,07	5,07
Feuerzuschuss + Steuern 2% v. 13,1 Mill.	2,34	2,34	2,34	2,34
Amortisation: 10% v. 13,1 Mill.	7,80	7,80	7,80	7,80
	71,76	74,04	76,29	78,61
Generallia: 2,5%	1,80	1,85	1,91	1,97
Vergütung:				
3% v. 13,1 Mill.	2,34	2,34	2,34	2,34
5% v. 2 Mill.	0,60	0,60	0,60	0,60
Lizenz:	5.-	5.-	5.-	5.-
	81,50	83,83	86,14	88,52



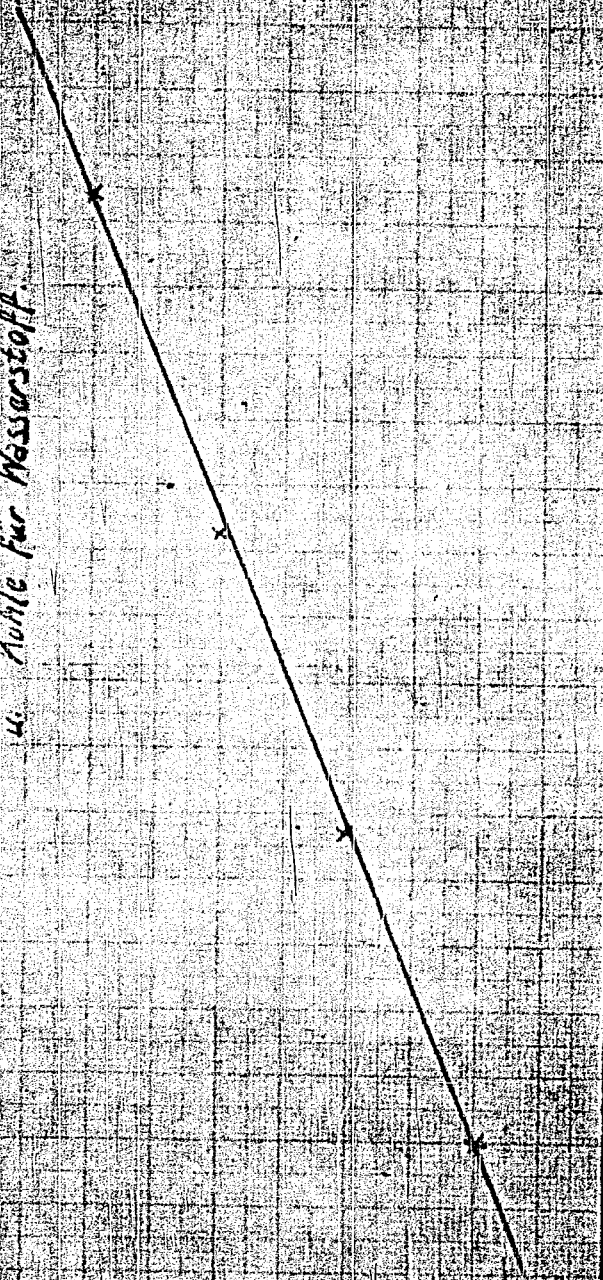
Preis für Primäritumen (Ginnel, B. + M.)

in Abhängigkeit vom Preis der Kohle für Extraktion

Kohle für Energieerzeugung

Kohle für Kraftgasgenerator

u. Kohle für Wasserstoff.



Preis für Primäritumen  
(Ginnel, B. + M.)

80- 85- 90- 95-

SECRET

57. Letr. Elektrokoks.  
In re: electrode coke.

Page Nos. 252 - 254

Besprechung im RWA am 13. III. 41 vormittags  
betr. Elektrodenkoks.

Die Besprechung diente dem Zweck sowohl das RWA Abt. I mit, wie auch die interessierten Firmen über den Stand der Arbeiten zu orientieren, die dem Zwecke dienen, die Rohstoffbasis für Elektrodenkoks zu erweitern.

Einleitend gab Dr. Neukirch, RWA einige Zahlen über voraussichtliche Produktion und Bedarf an Elektrodenkoks im Großwirtschaftsraum.

In toto pro Monat ergibt sich demnach etwa folgendes Bild:

	1941	1942	1943
Voraussichtliche Produktion	22 565	28 650	30 800
Voraussichtlicher Bedarf	26 085	32 400	36 250
Fehlbedarf	3 720	3 750	5 450

Demnach wäre bis zu Beginn 1942 eine zusätzliche Produktion von 45 000 tato und bis 1943 von 65 - 75 000 tato zu fordern.

Der Bedarf an Anodenkoks und Koks für Söderberg Elektrode verteilt sich etwa wie folgt:

Deutschland	2/3 Anoden + 1/3 Söderberg
Ausland	90 % " + 10 % " "



Entaschungsverfahren.

I. Firma Kleinholz. Fett wird auf physikalisch-chemischen Methoden entascht. Koks enthält unter 0,12 % Fe + Si. ab April 1941 ca. 300 Tonne Erzeugung. Die Anlage soll bis 1942 auf ca. 40 - 45 000 Tonne ausgebaut werden.

II. Reinst. Anthrazit. Dortmunder Bergwerks-Verein.

Anthrazit wird auf physikalischem Wege entascht. Bis Ende dieses Jahres soll eine kleine Anlage (vermutlich bei Essen) erstellt werden. Es liegen auch Versuche vor, die von Fettkohle ausgehen. Die Produktion soll in Rauxel mitverarbeitet werden und so dort die Pechdecke strecken.

III. Extraktion Welheim.

Dr. Broche erwähnt, daß der ursprünglich für Anfang Juli vorgesehene Produktionsbeginn der Anlage (24 000 Tonne) sich auf 15. August verschiebt. Nach den bisherigen Versuchen gehe die Filtration gut, ob bei kontinuierlichem Betrieb Schwierigkeiten auftreten, könne man nicht sagen. Der Extrakt hat nach Filtration 0,04 % Asche, der Koks daraus 0,08 % Asche. Der Koks soll 100 Mk/tonne kosten. Dr. Broche hält es für möglich, falls seine Anlage zufriedenstellende Ergebnisse zeitigt, bei den bestehenden Steinkohle-Anlagen zwischen S-Phase und Gasphase eine Extraktion dazwischen zu erhalten. In der Weise, daß das aus der S-Phase kommende Mittelöl jeweils als Frischöl für die Extraktion eingesetzt wird, wahrscheinlich müßte dabei in der Extraktions-Stufe noch etwas H<sub>2</sub> zugegeben werden. - Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl hat kleinere Petrolfraktionen als Verflüssigungsmittelöl aus Pech.

Die I.G. soll prüfen, ob es mit Rücksicht auf die ernste Lage nicht Möglichkeiten gibt, in den H<sub>2</sub>-Anlagen Koks herzustellen.

Anforderungen für Söderberg-Elektroden-Koks.

Für dichteste Packung ist wichtig, daß der gemahlene Koks etwa folgende Korngrößenverteilung hat:

19 %	5 - 1 mm
13 %	1,2 - 0,5 mm
18 %	0,5 - 0,2 mm
24 %	0,2 - 0,075 mm
26 %	unter 0,075 mm.

Maximal 1000  $\mu$  erwünscht 500-700  $\mu$   
0,5 % Fluchtige, Asche max 0,6 %, davon max.  $\text{SiO}_2$  0,2 %  
 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  0,17;  $\text{ZnO}$  0,04  $\text{TiO}_2$  0,005;  $\text{CaO}$  0,05;  $\text{V}_2\text{O}_5$   $>$  0,004 %  
Für Anoden maximal 0,6 % Asche, Si + Fe zusammen maximal 0,12 %.

58. Entaschung von braun- und Steinkohle für  
die Elektrodenkoksherstellung.  
De-ashing of brown coal and bituminous  
coal for the production of electrode  
coke.

Frame Nos. 255 - 256



58 Entaschung von Braun- und Steinkohle  
für die Elektrodenkoksherstellung.

a). Entaschung von Steinkohle.

Die Entaschung von Steinkohle wurde nach dem Aufschwimm-Verfahren vorgenommen, wobei mit einer konzentrierten Calciumchloridlauge mit dem Spez. Gewicht von 1,26 bis 1,28 (20 °C) gearbeitet wurde. Die Kohle wurde in der Weise vorbereitet, daß der zwischen einem 1 und 2 mm-Sieb liegenbleibende Teil für die Untersuchung benutzt wurde. Bei einem Ausbringen von etwa 50 Teilen entaschter Kohle wurde eine Entaschung bis auf 2,8 % - bezogen auf entaschte Kohle trocken - erzielt. Bei einer zweiten Reinigung ging der Aschegehalt bis auf 1,1 bis 1,2 % - bezogen auf entaschte Kohle trocken - zurück.

Würde die gleiche Kohle bei 600 °C verschwelt und der Schmelkoks dann in 1 bis 2 mm Körgröße der Trennung mittels Calciumchloridlauge unterworfen, so konnte nur eine Entaschung bis auf 6 % - bezogen auf entaschte Kohle trocken - festgestellt werden. Die vorherige Verschmelzung hat demnach einen ungünstigen Einfluß auf die Entaschung.

b) Entaschung von Braunkohle.

Die Entaschung von Braunkohle wurde in der Weise vorgenommen, daß die Braunkohle zerkleinert und mit etwa 10 bis 20 %iger Salzsäure ein oder mehrere Male ausgesücht wurde. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tafel zusammengestellt :

Herkunft der Braunkohle	Anzahl der Auswaschungen mit Salzsäure	Salzsäurekonzentration %	Aschegehalt in Ausgangskohle %	Entaschter Kohle %
Mitteldeutsche Braunkohle (Krabag)	5	20	11,27	1,6
do. entsandet (2,5 bis 2,8 % Sand)	5	20	8,75	0,9 - 1,0
Rhein. Braunkohle, Unionmischung	5	20	6,18	0,18
do. do.	7	20	6,18	0,10
do. entsandet (0,85 % Sand)	5	20	5,3	0,2
Größe aus rhein. Braunkohle (Schweling 550 °)	5	20	8,4	3,32
Größe aus entsandeter rhein. Braunkohle (550 °)	5	20	7,4	2,3
Entsandete und entsachte Größe aus rhein. Braunkohle	5	20	6,18	2,13

Als beste Arbeitsweise kommt demnach die Entaschung der getrockneten

nicht entsandeten rheinischen Braunkohle in Frage, wobei nach siebenmaligen Auswaschen ein Aschgehalt von 0,10 in der Kohle gefunden wurde. Der Aschgehalt des aus dieser Kohle hergestellten Elektrodenkokses betrug 0,34 %.

Die elektrische Leitfähigkeit des Elektrodenkokses aus entsalzter Braunkohle, bei 550 °C hergestellt, liegt über 1 Million Ohm; Koks aus entsalzter Braunkohle bei etwa 1000 °C hergestellt, liegt bei 0,2 Ohm/cm<sup>3</sup>. Gemische aus entsalztem Primärbitumen und Grude im Verhältnis wie 20 bis 50 : 80 bis 50 bei 500 °C verschwelt ergeben Widerstände von 0,1 bis 0,2 Ohm/cm<sup>3</sup> (Messung von Herrn Dr. Meier)

*Meier*

INDEX

59. Elektronroks.  
Electrode coke.

Frame Nos. 357 - 358



A  
Elektrodenkoks.

257

Im folgenden sind die Beziehungen zwischen Elektrodenkokspreis und Preis des Einstandsproduktes für die Schmelerei bzw. Kokerei auf Elektrodenkoks überschlägig geschätzt.

Es wurde hierbei angenommen, dass das asphatreiche und aschearme Hydratprodukt - anhydr. Kohle, Druck- oder Vakuumdestill.-Rückstände - zunächst zur Erzielung einer möglichst hohen Teerausbeute geschwelt und der Schwelkoks dann nach verkocht wird. Die Ausbeuten sind abhängig davon, ob im geraden Durchgang oder mit Rückführung (1 Teil Rückstand : 1,5 Teile Koks) geschwelt wird. Da beim Schwelen mit Rückführung nur die Teerausbeute (auf Kosten der Koksausbeute) wächst, bietet sie bei der Herstellung des hochwertigen Elektrodenkokes keine Vorteile.

A. ohne Rückführung:

1000 kg asph'reicher R'stand

Schmelerei:

550 kg Schwelkoks  
320 kg Teer  
100 kg Gas + Verl.  
hierin 55 m<sup>3</sup> Gas  
30 kg Wasser

Koke-  
rei: 500 kg Elektr'koks  
50 kg Gas

B. mit Rückführung:

1000 kg asph'reicher R'stand  
(1 Teil RU : 1,5 Tl. Koks)

Schmelerei:

440 kg Schwelkoks  
400 kg Teer  
70 m<sup>3</sup> Gas

Koke-  
rei: 400 kg Elektr'koks  
40 kg Gas

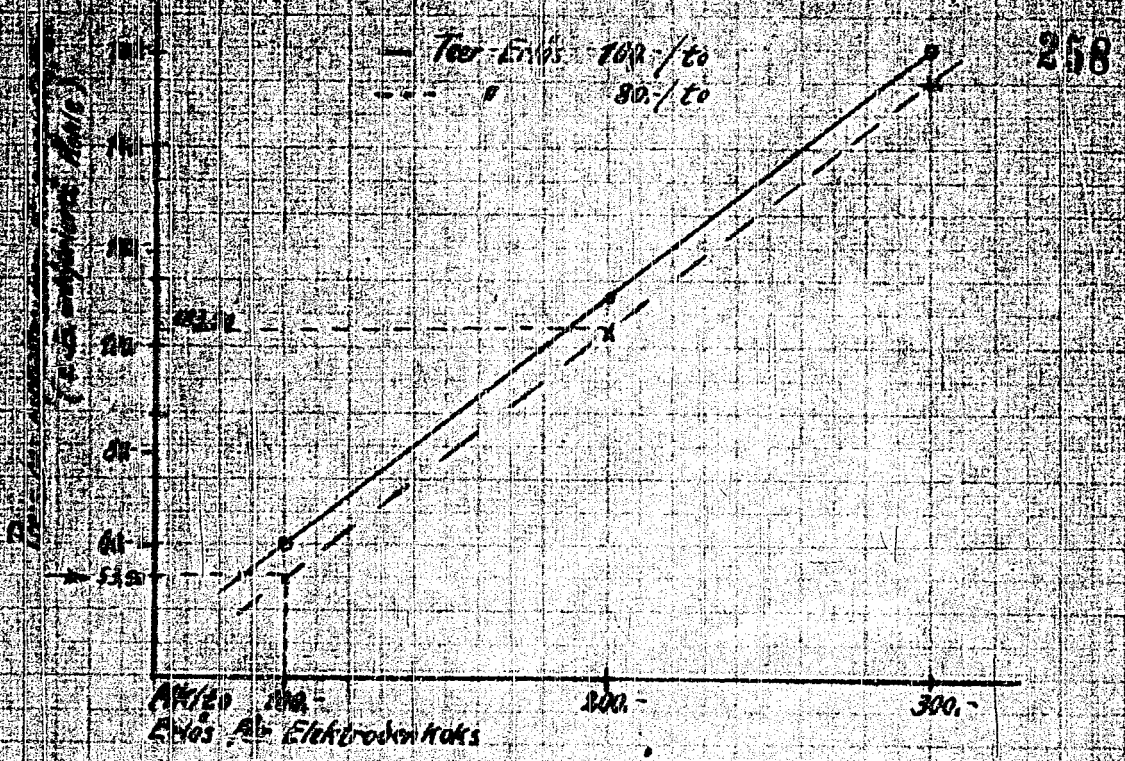
Die Spesen in Schmelerei und Kokerei betragen in Falle A Mk. 25.-/to Einsatz, in Falle B Mk. 27,50/to Einsatz. Der Schwelteer ist mit 80-100.-Mk/to zu bewerten, das Schmelgas hat einen Heizwert von ca. 6400 Kk/m<sup>3</sup>, das Gas der Nachverkokung ca. 6600 Kk/kg.

Die anliegenden Kurvenblätter zeigen die preislichen Beziehungen.

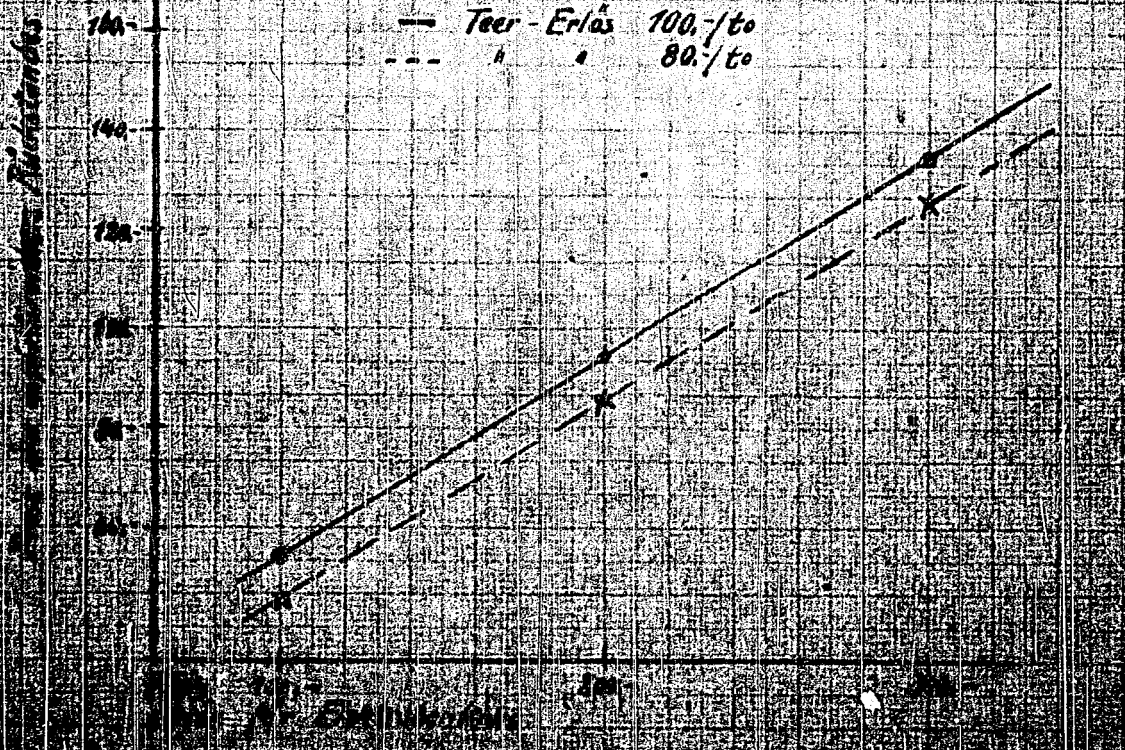
8/27/91

A. ohne Rückführung

Beziehung zwischen Elektrodenkokspreis und Preis des Ausgangsstoffes (asphaltreicher Rückstand)



B. mit Rückführung



- .....
60. Erzeugung von Elektrolyt über die  
Druckdestillation.  
Production of electrolyte via  
pressure distillation.

Frankfurt. 259



Die Drucke sind in der Regel in zwei Hälften geteilt, die eine Hälfte ist die Vorderseite, die andere die Rückseite. Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt. Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt.

Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt. Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt.

Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt. Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt.

Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt. Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt.

Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt. Die Vorderseite ist diejenige, die dem Betrachter zuerst entgegenkommt, während die Rückseite diejenige ist, die dem Betrachter zuletzt entgegenkommt.

Beleg

Die desillierten von Folio 1 bis Folio 100  
 Abschrift in Rot 100 Folien zu 0,27  $\text{f}$   
 K. desillierten von Folio 1 bis Folio 100  
 Abschrift in Druckfarbe 11. Rot 100  
 auf Folio 1 : 1,4  $\text{f}$

Elektronische des Rückstandes (Anzahl der Elektronen)

- 12  $\text{f}$  Folio
- 0,27  $\text{f}$  Abschrift in G.
- 18,5  $\text{f}$  Abschrift in ÖL.

61. Versuche zur Herstellung von Elektrodenkoaks.  
Experiments on the production of  
electrode coke.

Frame nos. 250 - 263

116 to 117

260

1800





The first part of the document discusses the general principles of the law of contract. It states that a contract is an agreement between two or more parties which is intended to be legally binding. The law of contract is concerned with the formation, performance, and breach of contracts.

The second part of the document discusses the formation of a contract. It states that a contract is formed when there is an offer and an acceptance. The offer must be made by a person who is capable of entering into a contract, and it must be made to a specific person or to a group of people. The acceptance must be made by the person to whom the offer was made, and it must be made in a way that shows an intention to be bound by the terms of the offer.

The third part of the document discusses the performance of a contract. It states that a contract is performed when the parties to the contract do what they have agreed to do. If a party to a contract fails to do what they have agreed to do, then the contract is breached.

The fourth part of the document discusses the remedies for breach of contract. It states that the remedies for breach of contract are damages, specific performance, and rescission. Damages are a sum of money paid to the injured party to compensate for the loss suffered. Specific performance is an order of the court requiring the party in breach to do what they have agreed to do. Rescission is an order of the court cancelling the contract.

The fifth part of the document discusses the law of tort. It states that a tort is a civil wrong which causes harm to a person. The law of tort is concerned with the liability of a person for a tort.

The sixth part of the document discusses the law of negligence. It states that negligence is a tort which occurs when a person fails to take reasonable care to avoid causing harm to another person. The law of negligence is concerned with the liability of a person for negligence.

The seventh part of the document discusses the law of intentional torts. It states that intentional torts are torts which are committed intentionally. The law of intentional torts is concerned with the liability of a person for intentional torts.

The eighth part of the document discusses the law of strict liability. It states that strict liability is a tort which occurs when a person is held liable for a tort regardless of whether they were negligent or intentional. The law of strict liability is concerned with the liability of a person for strict liability.

The ninth part of the document discusses the law of property. It states that property is a legal right which a person has in a thing. The law of property is concerned with the rights of a person in property.

The tenth part of the document discusses the law of real property. It states that real property is property which is fixed to the land. The law of real property is concerned with the rights of a person in real property.

The eleventh part of the document discusses the law of personal property. It states that personal property is property which is not fixed to the land. The law of personal property is concerned with the rights of a person in personal property.

The twelfth part of the document discusses the law of succession. It states that succession is the transfer of property from one person to another upon their death. The law of succession is concerned with the rights of a person in property upon their death.

The thirteenth part of the document discusses the law of trusts. It states that a trust is a legal arrangement in which property is held by one person for the benefit of another person. The law of trusts is concerned with the rights of a person in property held in trust.

The fourteenth part of the document discusses the law of bankruptcy. It states that bankruptcy is a legal process by which the assets of a person who is unable to pay their debts are distributed to their creditors. The law of bankruptcy is concerned with the rights of a person in property held in bankruptcy.

The fifteenth part of the document discusses the law of insolvency. It states that insolvency is a legal process by which the assets of a company which is unable to pay its debts are distributed to its creditors. The law of insolvency is concerned with the rights of a person in property held in insolvency.

V

6





Patent  
62. Herstellung von aschefreiem Elektrodenkoks  
über Primäritumen.  
The production of ash-free electrode  
coke via primary bitumen.

Page Nos. 264 - 270

Montag, 10. April 1951

Fri. Dr. ...

42

... (faint text) ...

In Folgenden wird das in früheren Versuchen aus  
 ... (faint text) ...

... (faint text) ...

- ... (faint text) ...
- ... (faint text) ...
- ... (faint text) ...
- ... (faint text) ...
- ... (faint text) ...

... (faint text) ...

... (faint text) ...

Achtersorte	Filtrat	Restat	Filtrat	Bemerkungen ab Isierung Filtrat kg p Stg
Junge Gaisens	0,15	0,25	120	Mutsche
K 1104	0,06	0,15	140	"
K 1106	0,06	0,15	318	"
K 1101	0,07	0,17	250	"
K 1101	0,004	0,010	430	Keine Schicht
K 1102	0,007	0,018	260	Mutsche
K 1102	0,004	0,012	420	Dünnschicht





Ausgangsmaterial	Feer	Wasser	Gas-Verlust	Zone	Asche in Zoka
P. B. mit Erweichung bei 80°	40,0	2,0	2,8	40,8	0,27
P. B. mit Erweichung bei 110°	27,0	10,0	3,6	35,3	0,18

Wie aus der Tabelle zu ersehen liegt der Aschegehalt des Kokas in den besprochenen Grenzen. Die Sachemangewinnung ist nicht unbedeutend. Hinsichtlich des Gehaltes an Wasserstoff und Sauerstoff genügt es in der Plinharterte hergestellte Koks für gewöhnlich nicht, er müßte einer Weiterbehandlung unterworfen werden, da die Sauerstofftemperatur nicht unbedeutend über 750° C. erhöht werden, was technisch in einem Ofen ohne weiteres möglich wäre. Die Teer- und Gasausbeuten würden sich dabei stärker verändern, d. h. man hätte etwa mit einem Minderertrag von 1 bis 2 % an Teer gegenüber Plinhar zu rechnen. Der Teer würde dabei allerdings nichtflüchtiger und insofern wertvoller. Aus der folgenden Tabelle III sind die in technischen Ofen voraussichtlich zu erwartenden Verkokungsergebnisse zu ersehen.

Tabelle III

	Teer	Gas, Wasser u. Verlust	Koks	Asche in Zoka
P. B. weich	40,0	2,0	43,0	0,27
P. B. hart	27,0	10,0	35,0	0,18

Die technische Durchführung der Verkokung erfordert besondere Maßnahmen, um das starke Schäumen des P. B. beim Durchlaufen der Destillier- und Spalttemperatur zu

Die Vorversuchsarbeiten im Laufe der bisherigen Ar-  
 beitsperiode haben ergeben, dass bei einer normalen Kokerei  
 nicht auf der Basis der in Betracht kommenden Kohlenarten  
 ein zufriedenstellendes Ergebnis erzielt werden kann. Ein  
 wesentlicher Grund hierfür ist die unzureichende  
 Qualität der Rohkohle, die bei der Verkokung zu  
 einer erheblichen Menge an Schlacke führt. Diese  
 Schlacke enthält eine große Menge an Feinmaterial,  
 welches bei der Verkokung nicht verwertet werden  
 kann. Um dieses Problem zu lösen, ist eine  
 Vorbehandlung der Rohkohle durch eine Vordestillation  
 mit Wasserstoffgas vorgeschlagen worden. Durch diese  
 Vorbehandlung wird die Schlacke erheblich  
 reduziert und die Qualität der Rohkohle  
 verbessert.

Die Vorversuchsarbeiten im Laufe der bisherigen Ar-  
 beitsperiode haben ergeben, dass bei einer normalen Kokerei  
 nicht auf der Basis der in Betracht kommenden Kohlenarten  
 ein zufriedenstellendes Ergebnis erzielt werden kann. Ein  
 wesentlicher Grund hierfür ist die unzureichende  
 Qualität der Rohkohle, die bei der Verkokung zu  
 einer erheblichen Menge an Schlacke führt. Diese  
 Schlacke enthält eine große Menge an Feinmaterial,  
 welches bei der Verkokung nicht verwertet werden  
 kann. Um dieses Problem zu lösen, ist eine  
 Vorbehandlung der Rohkohle durch eine Vordestillation  
 mit Wasserstoffgas vorgeschlagen worden. Durch diese  
 Vorbehandlung wird die Schlacke erheblich  
 reduziert und die Qualität der Rohkohle  
 verbessert.

Die Vorversuchsarbeiten im Laufe der bisherigen Ar-  
 beitsperiode haben ergeben, dass bei einer normalen Kokerei  
 nicht auf der Basis der in Betracht kommenden Kohlenarten  
 ein zufriedenstellendes Ergebnis erzielt werden kann. Ein  
 wesentlicher Grund hierfür ist die unzureichende  
 Qualität der Rohkohle, die bei der Verkokung zu  
 einer erheblichen Menge an Schlacke führt. Diese  
 Schlacke enthält eine große Menge an Feinmaterial,  
 welches bei der Verkokung nicht verwertet werden  
 kann. Um dieses Problem zu lösen, ist eine  
 Vorbehandlung der Rohkohle durch eine Vordestillation  
 mit Wasserstoffgas vorgeschlagen worden. Durch diese  
 Vorbehandlung wird die Schlacke erheblich  
 reduziert und die Qualität der Rohkohle  
 verbessert.

100 000 to bzw. 50 000 to

Tabelle IV

	Kleinanlage	Großanlage
Vollstehende	31,0 RM	71,0 RM
mit Vorarbeiten	31,0 RM	71,0 RM
einzelne	31,0 RM	71,0 RM
einzelne	31,0 RM	71,0 RM

An verwertbaren Nebenprodukten (ohne Gasüberschuss) ist je Tonne etwa zu erwarten:

Tabelle V

	Verfahrenen	Distillaten
Teer	392 kg	255 kg
Gas+Teerbenzin	15 "	13 "
Koks	280 "	630 "
	687 kg	906 kg

Rechnet man für 1 to Elektrizität als Verkaufspreis 90 RM zugrunde und für 1 to B. mit 150 RM, so ergeben sich folgende Teerpreise:

Tabelle VI

	Kleinanlage	Großanlage
Aus Verbleibenden RM/to Teer	91,0	75,5
Aus Earthitungen RM/to Teer	87,4	64,8



Die Gestehungskosten für den Teer würden also zwischen 6% und 10 Prozent betragen. Diese Kostenlage senken sich und zwischen 2% und 4% sinken bei einer 20 bis 30% Kostenlage. Die so errechneten Gestehungskosten liegen also in der Hauptsache in den Grenzen, die auch bei einer schnell-  
günstigen für Steinkohlenkoks zu erwarten sind. Dabei ist zu erörtern, daß der Teer zufolge seiner Herkunft von einer aktivierten Kohle qualitativ wertvoller ist als ein Produkt aus Kohle gewonnener Teer. Bemerkenswert ist, daß die Teerkosten bei Weichbitumen höher liegen als bei Hart-  
bitumen. Dies rührt von der Tatsache ab, daß die höheren Teerausbeuten des Weichbitumens mit erhöhten Verarbeitungs-  
kosten erkauft werden müssen. Wenn die Teerpreise nicht höher liegen als die Kokspreise, ist es also zur Herstel-  
lung von Elektrokoksmaterial richtiger, aus ein Hartbitumen hin-  
zuarbeiten, das infolge des niedrigeren Wasserstoffver-  
brauches billiger herzustellen ist, wobei dieser Vorteil durch die geringeren Filterleistungen allerdings wieder  
verloren gehen kann.

Geht man bei der Herstellung des Elektrokokses  
bisher Hydrierkohle zurück, so sind etwa folgende Ausbauer  
von 100 Reinkohle zu erwarten:

Tabelle VII

P.B. Herstellung aus 100 Reinkohle	80 Koks	2,0 Mt	1,0 Mt	
Verkokung von Weich- P.B. aus 100 Reinkohle	83 Koks	2,2 Mt	1,0 Mt	31 Teer
Verkokung von Hart P.B. aus 100 Reinkohle	81 Koks	3,0 Mt	1,0 Mt	21 Teer

Auswertung: Die Herstellung von sauberelem den Vorschrif-  
ten entsprechenden Elektrokoksmaterial ist durch Verkokung von  
filtriertem Primärbitumen aus Steinkohlen möglich. Dabei  
fällt bei Weichbitumen fast soviel Schmelztee wie Koks an; für

die Wirtschaftlichkeit der Teerpreise ebenso  
ausbleibt wie die Wirtschaftlichkeit der  
Kostensätze. Es gibt Bestrebungen zur  
Kostensenkung, die sich im Verkaufspreis für ein  
ausgetretenes Koks zeigen.

Um ein rentables Erzeugnis zu ermöglichen, muss der  
Teerpreis mindestens so hoch sein, wie der Koks-  
preis. Einziger Grund sind wahrscheinlich auch bei der Prä-  
paratunterherstellung möglich. Um alle wirtschaftlichen  
Möglichkeiten der Koks-Teerherstellung zu erschöpfen, müsste  
eine solche Anlage gebaut werden, welche ermöglicht werden.

Vorstehende Ergebnisse beziehen sich nur auf Pro-  
zente, die aus Steinkohle hergestellt werden für Brennko-  
hlen. Entsprechende Zahlenwerte noch nicht vollstän-  
dig vorliegen. Es wird festgestellt werden, dass bei der  
Verarbeitung von Brennkohle Teeranteile die Koks-  
anteile in den meisten Fällen übersteigt, wobei der Koks  
das Hauptprodukt wird. Die Filtration geht bei Brennkohle  
weniger leicht, doch treten bei vielen Brennkohlen im P.B.  
bestimmte Anteile von Koks an, welche den Aschegehalt im Koks  
erhöhen und die Qualität...

von Bismann

TITLE PAGE

FILES OF I.G. HOCHDRUCK LABORATORIES  
ON  
VARIOUS PHASES OF CATALYTIC CRACKING

S-33/I-C-10



TITLE PAGE

1. Prüfung von Magnesiumsilikatkontakten bei der Standard.

Examination of magnesium silicate contacts by the Standard Oil Company.

Frame Nos. 271 - 278

*F. A. Peters*  
3. Juni 1940/2

271

① Prüfung von Magnesiumsilikatkontakten bei der Standard.

(Nach Office Memorandum v. 1.11.1939 Nr. 3950, Baton Rouge, 15 443)

Mitte vorigen Jahres hatten wir eine Probe unseres synthetischen Magnesiumsilikatkontaktes (Kr 690) an die Standard geschickt.

In Baton Rouge wurden in den dortigen 2-Ltr-Öfen Vergleichsversuche angestellt zwischen

- 1) diesem Ludwigshafener Magnesiumsilikatkontakt (bezeichnet als 3 E - 20 690 g)
- 2) einem in Baton Rouge nach einer anderen Methode hergestellten Magnesiumsilikatkontakt (504C-C),
- 3) dem normalen Aluminiumsilikatkontakt aus Baton Rouge.

1) Prüfung mit normalem Ost Texas Gasöl.

Beim Kracken von Ost Texas Gasöl von normalem Siedebereich (280-370°C, spez. Gewicht 0,857, Anilinpunkt 79°C - s. auch Tab. 1) bei 410° und 455° ergaben sich folgende Resultate (s. Tab. 2):

- 1) Der Ludwigshafener Mg-Silikatkontakt ist bedeutend aktiver (140:100) als die beiden anderen Kontakte, sowohl bei 410° wie bei 455°C.
- 2) Beide Mg-Silikatkontakte geben erheblich weniger Verluste als der Aluminiumsilikat-Kontakt. Besonders auffallend ist der verminderte Butanüberschuss; aber auch Koksbildung und Vergasung sind geringer, was deutlich wird, wenn man diese gegen die Benzinbildung aufträgt (Fig. 1).
- 3) Die Oktanzahl des Benzins ist bei den Magnesiumsilikatkontakten einige Einheiten kleiner, wenn man gleiche Kontakttemperaturen vergleicht. Da aber die Mg-Silikatkontakte wegen der geringeren Verluste höhere Kracktemperaturen zulassen, ist es richtiger, Mg-Silikat bei 455°C mit Al-Silikat bei 410° zu vergleichen.



Man erhält dann dieselben Oktanzahlen, aber beim Mg-Silikat trotz der höheren Temperatur geringere Verluste und damit einen absoluten Vorteil des Mg-Silikatkontaktes.

### II) Prüfung mit schweren Gasölen.

Es liegen kurze Versuche mit einem Aruba Visbreaker Gasöl (Siedebereich 220-370°C, spez. Gewicht 0,884, Anilinpunkt 53°C) und eingehendere Versuche mit einer höher siedenden Gasölfraction "schweres Mischgasöl" (Siedebereich 310-540°C, spez. Gewicht 0,895, Anilinpunkt 89°C) vor.

Dabei ergibt sich folgendes (Tab.3):

Die Magnesiumsilikate geben auch mit den schweren Gasölen eine günstigere Produktverteilung. Zudem ist der Ludwigshafener Magnesiumsilikatkontakt in der Aktivität besser. Jedoch ist die Überlegenheit des Magnesiumsilikates hier nicht so gross wie beim normalen wasserstoffreicheren und niedriger siedenden Gasöl. Auch in den Oktanzahlen ist er weniger günstig. Nur der Ludwigshafener Magnesiumsilikatkontakt erreicht den Aluminiumsilikatkontakt und nur in einem Wert (Motor-Methode mit Blei), während in den übrigen Werten (Res.Meth.) die Oktanzahlen der Magnesiumsilikate etwas schlechter sind, woran auch eine Erhöhung der Temperatur auf 485°C nichts ändert.

### III) Kontaktlebensdauer.

Wiederholung der Versuche mit normalem Ost Texas Gasöl zeigten, dass der Ludwigshafener Kontakt beim Fahren des schweren Öls sich beträchtlich verschlechtert hatte. Ergab jetzt, 220 Zyklen später, nur noch 37,4 % Benzin gegen zuvor 48,5 %. Baton Rouge stellt dem gegenüber fest, dass ihr eigener Magnesiumsilikatkontakt in 110 Zyklen nur vom 33,1 auf 31,3 % gesunken sei.



Hierzu ist zu sagen, dass nach unseren Versuchen mit normal siedenden Gasölen der Kontakt durchaus beständig ist; er verliert in 50 Zyklen weniger als 1 % seiner Aktivität. Die Verschlechterung des Kontaktes in Baton Rouge dürfte auf das Fahren der hochsiedenden Öle zurückzuführen sein. Da diese bei der hohen Aktivität des Kontaktes auf eine bestimmte Menge Kontakt verhältnismässig viel Koksablagerungen, ist die Gefahr einer lokalen Überhitzung beim Regenerieren gross.

Beim Vergleich mit dem Magnesiumsilikatkontakt von Baton Rouge, ist zu berücksichtigen, dass dieser von vornherein viel weniger aktiv ist, da der abgeklingene Ludwigshafener Kontakt immer noch aktiver ist als der Kontakt von Baton Rouge zu Anfang.

#### Zusammenfassung:

Eine nach Baton Rouge gesandte Probe unseres Magnesiumsilikatkontaktes war dort mit zwei Kontakten der Standard, mit einem synthetischen Aluminiumsilikat und einem synthetischen Magnesiumsilikat, verglichen worden.

Es ergab sich, dass beim Cracken von Gasöl von normalen Siedebereich, die Magnesiumsilikatkontakte erheblich geringere Verluste ergaben als der Aluminiumsilikatkontakt. Der Magnesiumsilikatkontakt aus Ludwigshafen übertrifft aber beide Kontakte aus Baton Rouge erheblich an Aktivität. Bei gleichen Cracktemperaturen geben zwar die Magnesiumsilikate eine etwas schlechtere Oktanzahl. Erhöht man aber bei Mg-Silikat die Cracktemperatur auf 455°C, so hat man gegenüber Al-Silikat mit 410°C die gleiche Oktanzahl bei immer noch geringeren Verlusten.

Die Prüfung mit schwerem Gasöl gab ähnliche Vorteile der Magnesiumsilikate. Diese sind jedoch hier nicht so gross; auch

besteht ein kleiner Nachteil in den Oktanzahlen, der auch durch Erhöhung der Cracktemperatur auf  $485^{\circ}\text{C}$  nicht ausgeglichen wird.

Ausserdem trat mit dem hochsiedenden Öl eine verhältnismässig rasche Verschlechterung des Ludwigshaferer Kontaktes ein, was mit seiner besonders hohen Aktivität zusammenhängen dürfte.

gez. Schneider.

Anlage: 3 Tabellen.



Einspritzprodukte

Art des Öles	Normales Ost-Texas	Schweres Misch-Gasöl	Arube Vis-breaker Gasöl
% vom Rohöl	47-70	49-84	-
spez. Gewicht	0,857	0,895	0,884
Siedekurve:			
5 % °C	286	310	223
50 % °C	318	415	282
95 % °C	368	496	365
Siedende °C	371	544	371
Anilinpunkt °C	79	89	53



Tabelle 2.

Ausbeuten mit Magnesiumsilikaten von Ludwigshafen und Baton Rouge,  
verglichen mit Al-Silikat von B.R.

Ost Texas Gasöl 280-370°C; 2-ltr-Öfen.

Durchsatz Vol.	1,2			1,8		
Dauer Std.	42			42		
Temperatur °C	410			455		
Kontakt	Al-Sili- kat	Mg-Sili- kat	Mg-Sili- kat	Al-Sili- kat	Mg-Sili- kat	Mg-Sili- kat
Herkunft	Baton Rouge	Ludwiga- hafen	Baton Rouge	Baton Rouge	Ludwiga- hafen	Baton Rouge
Kontaktalter Zyklen	15-469	46	31	11-192	90	52
Benzin Vol.%	35,9	48,5	33,4	35,4	50,3	37,4
Butanüber- schuss Vol.%	5,5	1,4	0,0	8,1	3,8	2,4
O <sub>1</sub> -O <sub>2</sub> Gew.%	2,5	2,5	1,1	4,1	4,1	2,4
Koks Gew.%	2,4	4,2	2,2	2,3	4,0	1,5
Benzineigen- schaften:						
% bis 100°C	46	38	35	51	46	40,5
Bromzahl	25	17	27	41	37	43
Oktanzahl Mot.	78	72	74	80	76	76
" mit 3 ccM Pb	87	86	86	-	88	86
OZ Res.	82	75	78	87	82	81
" "+3ccM Pb	92	87,5	88	-	92	90

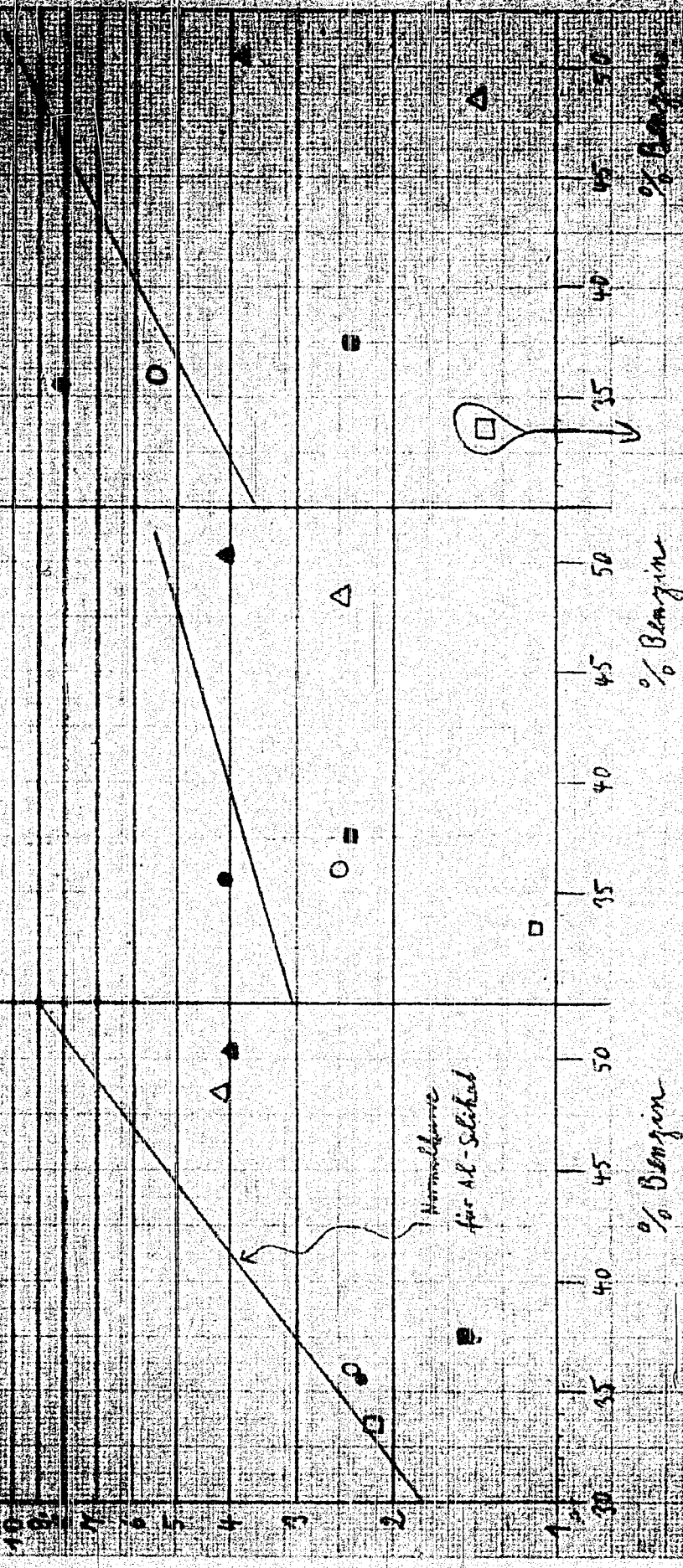
Ausbeuten aus schwerem Öl mit Magnesiumsilikaten von Ludwigshafen u. Baton Rouge, verglichen mit Aluminiumsilikat von Baton Rouge.

Schweres Misch-Gasöl, spez. Gewicht 0,895.

Durchsatz Vol.	1,8			1,8	3,0	1,8
Dauer Min.	20				20	
Temperatur °C	455				485	
Kontakt	Al-Silikat Baton Rouge	Mg-Silikat Ludwigs- hafen	Mg-Silikat Baton Rouge	Mg-Silikat Ludwigshafen		Mg-Silikat Baton Rouge
Kontakt-Alter Zyklen	75	167	98	198	208	129
Benzin Vol. %	42,5	50,3	42,6	50,3	44,5	49,5
Butanüber- schuss Vol. %	8,8	4,4	2,6	7,5	3,4	4,0
C <sub>1</sub> -C <sub>3</sub> Gew. %	4,5	3,6	3,1	6,3	4,8	5,4
Koks Gew. %	3,8	5,3	3,7	6,3	3,7	4,0
<u>Benzineigen- schaften:</u>						
% bis 100°C	53	42	37	46,5	42,0	39,5
Bromzahl	53	46	60	55	60	61
OS Mot.	80	77	76	79	78	78
" "+3 cem Pb	88	88	84	85	85	85
OS SOD	87	81	81	83	85	85
" "+3 cem Pb	95	92	90	91	91	91



Fig. 1. Koks Gas in C<sub>4</sub>-Überschuss bei d. P. Dampfverbindung  
 auch Tauschgas  
 C<sub>4</sub>-Überschuss  
 Koks Gas



Normalmenge für Al-Silichal

Konzentrat	Temp. Zeichen	Temp. Zeichen
AL-Silichal	B.R. 410°	455°
Mg-Silichal	Lu 410°	455°
Mg-Silichal	B.R. 410°	455°



TITLE PAGE

2. Esso Laboratories. Catalytic cracking with powdered catalysts.

Frame Nos. 279 - 282

1. Hochdruckversuche  
Lu 558

*J. J. ...*  
18.4.1940. Pr/Pf.

279

Esso Laboratories

EA File No.: 700.423

Report No.: 18

17. März 1939

Catalytic cracking with powdered catalysts.

Kracken mit gepulverten Katalysatoren scheint für Jersey aus-  
sichtsreicher als fest angeordneter Katalysator sowohl in wirt-  
schaftlicher wie in patentrechtlicher Hinsicht. Ein Verfahren, bei  
dem der pulverförmige Kontakt in den Oldampf geblasen wird, ist in  
einer Anlage von der Größe von 1 bbl./Tag mit Erfolg ausgeführt wor-  
den. Dabei wurde die Regeneration unabhängig vom Crackzyklus ausge-  
führt. Es sind genügend Unterlagen vorhanden, um in Serie mit der  
Regenerationsanlage zu fahren, sobald die nötigen mechanischen Modi-  
fikationen ausgeführt sind.

Von den erforschten Variablen haben das Katalysator/Öl-Ver-  
hältnis, Temperatur und Berührungszeit den meisten Einfluß auf den  
Umsatz. Wachsendes Katalysator/Öl-Verhältnis vergrößert den Umsatz  
wie die folgende zusammenfassende Tabelle für R. und W. Texas-Gasöl  
bei 30 Sek. Berührungszeit mit frischem GOC-12 zeigt. Ein Tempera-  
turanstieg von 455° C auf 510° C bei konstantem Katalysator/Öl-Ver-  
hältnis vergrößert den Umsatz um etwa 6 % bezogen auf Einspritzung.  
Vol. % stab. Benzin

Kat./Öl Gew. Verh.	1	1,5	2
455° C	33,0	40,0	44,0
482° C	36,0	43,0	45,5
510° C	39,4	46,0	49,0

Die Berührungszeit hat einen beträchtlichen Einfluß auf die Umsetzung wie folgende Tabelle für 482° C zeigt:

Kontakt Zeit, Sek.	Vol. % stab. Benzin			
	5	10	15	25
1,0 % Kat./Ol Gew.-Verh.	20	26	30	36
1,5 % " " "	27	34	38	43
2,0 % " " "	33	40	43x	47

Verarbeitung von W. Texas Gasöl mit pulverförmigem Katalysator gibt günstigere Produkt-Verteilung als die von E. Texas Gasöl. Doch ist die Produkt-Verteilung in beiden Fällen günstiger als bei fester Kat.-Anordnung, wie aus folgender Tabelle für 40 % Umsatz hervorgeht, die vergleichbare Zahlen für eine schwere Gasöl-Mischung von E. Texas, Talco und Van Zandt Rohölen einschließt.

Arbeitsweise	W. Texas Gasöl		E. Texas Gasöl		E. T. Tolco, V. Z. Gasöl	
	Gepulv.	Fest	Gepulv.	Fest	Gepulv.	Fest
Temp. ° C	482	455	482	455	482	455
<u>Ausb. a. Einspr.</u>						
Vol. % Cycle Öl	57	53	56	53,4	54	55
Vol. % C <sub>4</sub>	4,3	5,4	6,3	6,0	6,0	7,0
Gew. % dry gas	2,8	4,0	3,2	4,0	5,1	4,0
Gew. % Koks	2,7	3,7	3,3	3,6	3,4	3,0

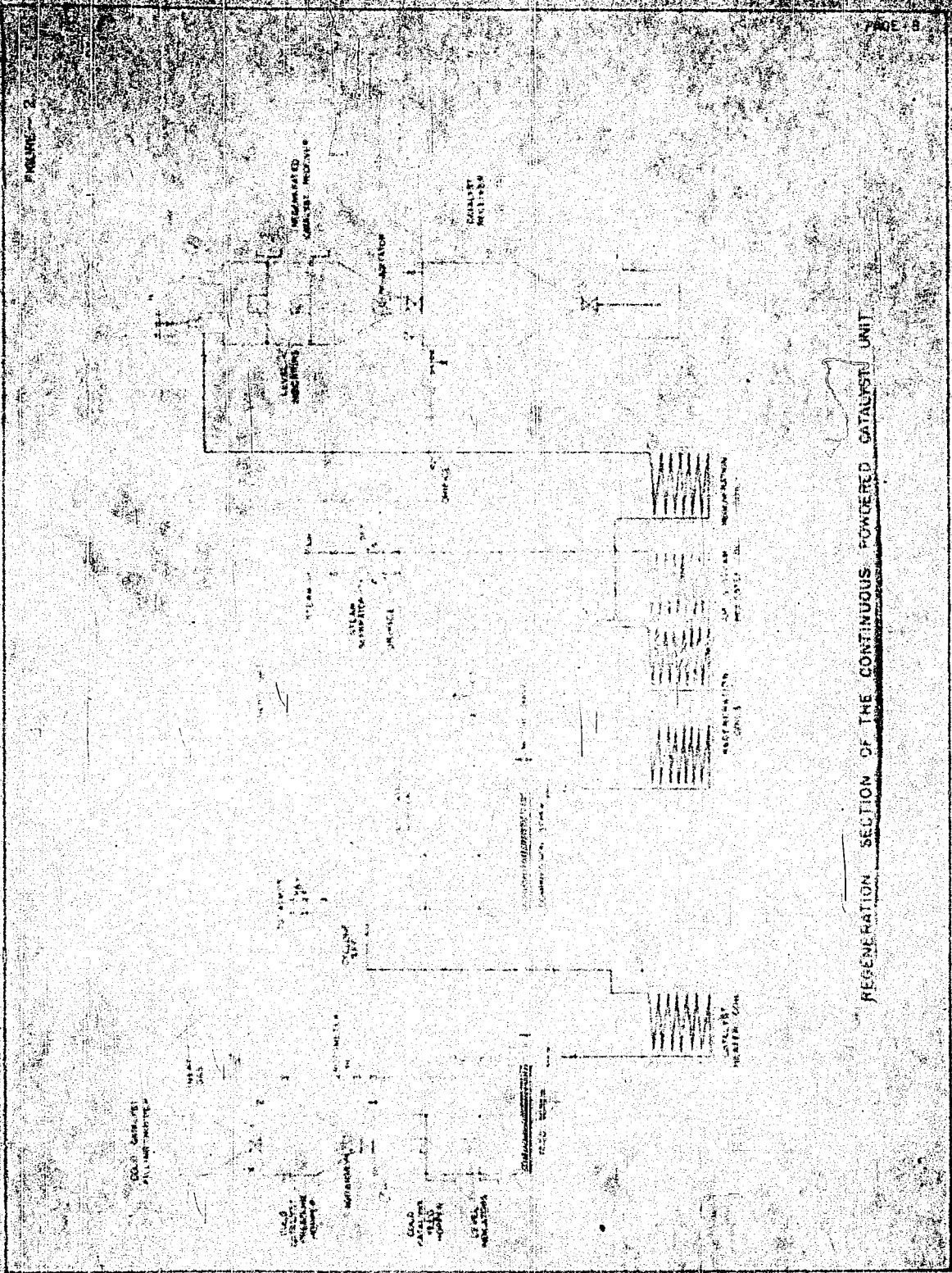
Die Entfernung des Kokes kann mit verdünnter Luft bei 3 atm Druck und 536° C in 20 Sek. oder bei 510° C in 30 Sek. erfolgen. Der Aktivitätsverlust scheint derselbe wie bei fest angeordnetem Kontakt auf Basis : Zeit-Temperatur.

gez. Free



I

FIGURE 2



REGENERATION SECTION OF THE CONTINUOUS POWDERED CATALYST UNIT

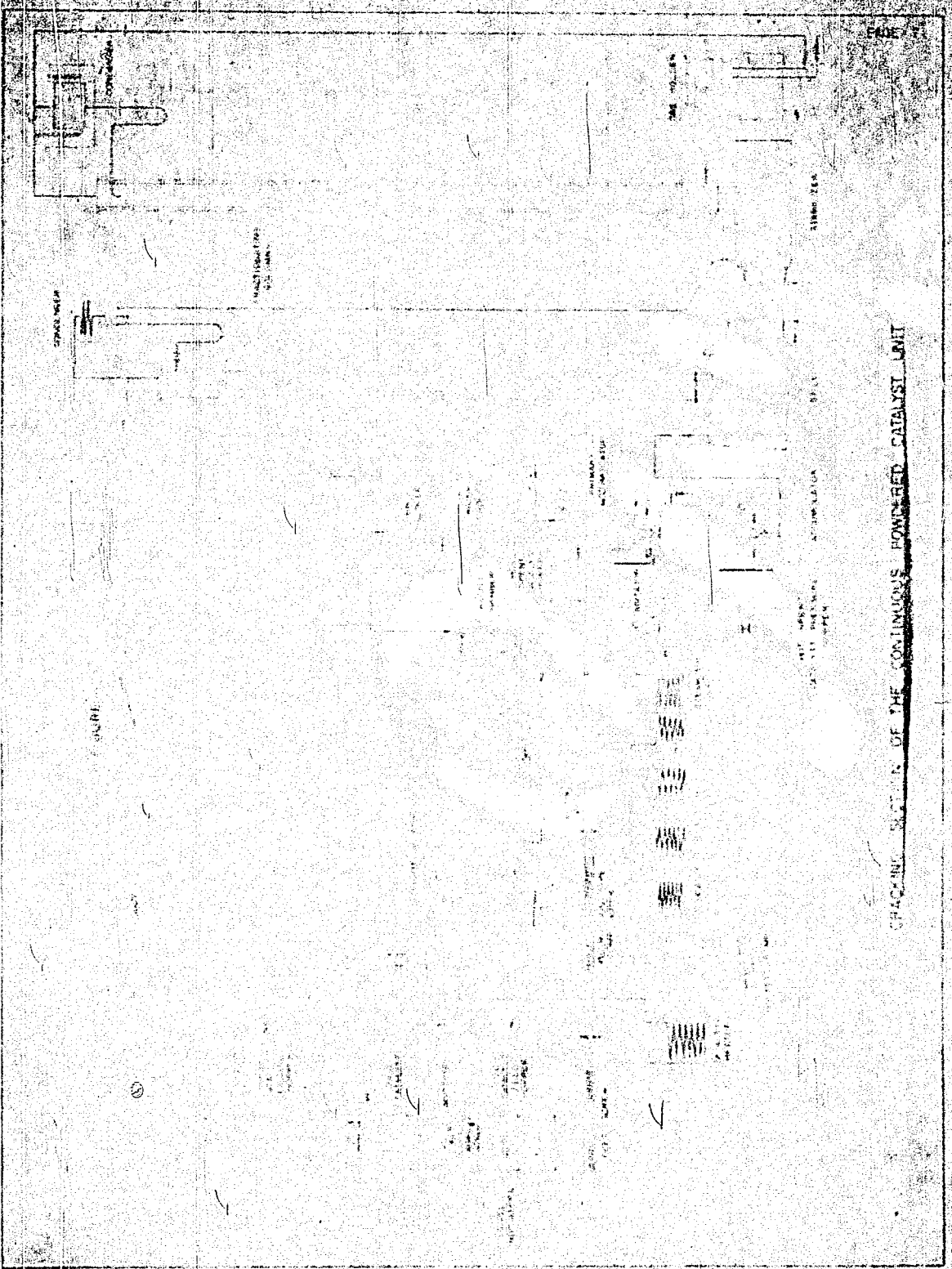


FIGURE 1  
SCHEMATIC SECTION OF THE CONTINUOUS POWDERED CATALYST UNIT

TITLE PAGE

34 Katalytisches Cracken Herstellung  
katalytischer Crack katalysatoren.  
Catalytic cracking. Preparation  
of synthetic cracking catalysts.

Frame Nos. 283 - 284



Hochdruckversuche  
Fr/Lu 558.

29. April 1940/Pr.

③ Katalytisches Cracken.

Herstellung synthetischer Crack-Katalysatoren.

Zusammenfassung.

Es wurde gefunden, dass bei der Herstellung synthetischer Silikat-Katalysatoren für Crackzwecke die Art der Erhitzung großen Einfluß auf die Aktivität hat.

Erhitzt man durch Fällung hergestellte Silikat-Katalysatoren vor dem Einbau in den Ofen langsam auf 500-600°C, so ist die Spaltaktivität gering. Bringt man dagegen die scharf abgeseugte, noch feuchte Silikatfällung schnell auf die erwähnte Temperatur, so erhält man bedeutend aktivere Katalysatoren.

Bei der Herstellung hochaktiver Crackkatalysatoren wurde beobachtet, dass vollkommen gleich angesetzte und gefällte Chargen starke Unterschiede im Spaltvermögen aufwiesen. Um dieses unterschiedliche Verhalten aufzuklären, wurde die Trocknung und Erhitzung der Silikatfällungen genau überwacht. Hierbei stellte sich heraus, dass langsames Antrocknen und - ganz besonders - langsames Erhitzen in Trockenschränken zu wenig aktiven Katalysatoren führt. Wurde dagegen die gleiche Silikatfällung nach dem Auswaschen auf der Nutsche scharf abgeseugt und ohne vorheriges Antrocknen gleich einer Temperatur von etwa 500°C ausgesetzt, so waren die Katalysatoren in fast allen Fällen bedeutend aktiver. Von grosser Wichtigkeit ist die rasche Entfernung der Wasserdämpfe aus dem Kalzinierofen.

Aktivität von langsam und schnell erhitzten  
Si-Al-Katalysatoren in drei Krack-Cyklen.

Fällungsart	Langsam erhitzt			Mittel	Schnell erhitzt			Mittel
	% Benzin -200°C				% Benzin -200°C			
90°C, p <sub>H</sub> = 4,5 aus konz. Lösung	38,8	34,4	30,5	34,6	47,6	36,9	36,4	40,3
90°C, p <sub>H</sub> = 7,2	28,5	28,6	24,0	27,0	35,2	33,5	34,6	34,4
Kalt gefüllt p <sub>H</sub> = 6,2	21,3	13,6	14,8	16,6	36,8	35,5	39,2	37,2
90°C, p <sub>H</sub> = 4,5	27,5	30,0	27,9	28,5	28,1	26,1	28,8	27,7
p <sub>H</sub> = 4,5	38,4	35,8	34,0	36,1	41,5	37,0	37,1	38,5

Die unterschiedliche Aktivität ist wahrscheinlich eine Folge der Wasserempfindlichkeit synthetischer Silikat-Katalysatoren, die sich schon bei der Herstellung bemerkbar machen kann. Durch den langen Aufenthalt der Katalysator-Chargen in wasserdampfhaltiger Atmosphäre ist eine Aktivitätsverminderung gut erklärbar. Zweckmässig nimmt man die Erhitzung nicht in geschlossenen Öfen vor, sondern fährt die Fällung durch einen Röhrenofen, aus dem man durch Einblasen trockener Luft im Gegenstrom die Wasserdämpfe ausbläst. Dadurch wird vermieden, dass die bereits zu Ende erhitzten Anteile der Ofenfüllung mit Wasserdampf bei hoher Temperatur in Berührung kommen.

Weitere Versuche in gleicher Richtung folgen.

gez. v. Fünser

gez. Frey.



TITLE PAGE

4. Standard Oil Development Company  
Process Department. Report on  
cracking with large concentration of  
suspended powdered catalysts.  
Report Nr. 1.

Frame Nos. 285 - 286



*J. J. ...*

Standard Oil Development Company Process Department

285

Report on cracking with large concentrations of suspended powdered catalyst. Report No. 1

Report No. P.O. 29 - 39  
 Project No. 17 148 by M.D. Haworth  
 27. März 1939

Die Apparatur für moving catalyst ist billiger als eine fixed bed Anlage. Bei den Process Laboratorien wird gepulverter GOC-12 in kaltem Einspritzöl suspendiert zur Krackanlage befördert, dagegen lassen die anderen Laboratorien gepulverten Katalysator in den Öldampf. Im Bericht sind Versuche der ersteren Arbeitsweise enthalten mit leichtem East Texas Gasöl bei konstanter Einspritzung von 1,0 Vol. Öl/Vol. Reaktionsraum/Std., bei denen Temperatur, Druck und Katalysator Konzentration variiert sind.

Vergleiche der Resultate mit 'fixed bed' bei 40 % Umsetzung.

Arbeitsweise	Fixed	Moving				
		Gepulv. GOC-12 (nicht getrocknet)				
Temperatur °C	455°	482°	482°	482°	500°	500°
Druck atm	0	0	3,1	10	0	3,1
Vol/Vol/Std.	0,6	---	---	1,0	---	---
Kat./Öl Gew.-Verh. %	---	65	39	11	44	23
<b>Ausbeute Einlage</b>						
Bi(10, 400°P) Vol. %	40	40	40	40	40	40
Gas Öl Vol. %	6,0	1,0	3,2	3,5	1,0	3,5
Cycle Öl Vol. %	53,4	59,5	54,3	51,9	56,9	52,0
C <sub>4</sub> -freies Gas Gew. %	4,0	2,3	4,2	6,7	4,1	6,5
Koks Gew. %	3,6	2,5	3,2	3,2	1,9	2,5
<b>Reinheit</b>						
A.S.T.M. 0.2	78,9	79,9	77,7	78,1	80,7	79,1
S.O.D. L.T. 0.2	83,6	85,7	83,5	82,6	87,4	85,7
% bei 100°	46,5	39,5	41,0	41,0	45,0	42,5
Cycle Öl API °	31,4	33,2	32,2	29,9	32,3	30,6



Bei moving catalyst bewirkt Temperatur-Erhöhung Rückgang der Koksbildung, aber auch erhöhte Gasbildung mit entsprechendem Verlust an Cycle Oil. Steigender Druck erhöht die Koksbildung, das ist aber nicht schlimm, wenn man die gleichzeitige Ersparnis an Gas-absorptionsanlagen berücksichtigt. Druck erhöht auch die Vergasung, aber die Gasverluste scheinen zurückgedrängt werden zu können, sowohl die bei Temperatur- wie bei Druckerhöhung eintretenden durch kürzere Kontaktzeiten und höhere Kontakt-Konzentration. Diese Möglichkeiten werden a. Zt. studiert.

Im Vergleich zu fixed bed gibt moving catalyst im allgemeinen weniger Koks. Bei Arbeitsweise mit nicht außergewöhnlicher Vergasung gibt moving bed auch besseren cycl. stock. O.2. sind im allgemeinen gleich oder besser als bei fixed bed.

Zu den Versuchen (s. Tabelle) wurde ungetrocknetes COO-12 (20 Gew.-% H<sub>2</sub>O) benutzt. 6 Std. bei 455° C getrockneter Katalysator gab 16 - 34 % weniger Umsatz. Hydratisierung von getrocknetem Katalysator oder H<sub>2</sub>O - Einspritzung vor der Crackzone im Betrage des Trockenverlustes stellte die Aktivität nicht wieder her. Um unter den gleichen Versuchsbedingungen dieselbe Umwandlung zu bekommen, muß man die 2 bis 3-fache Menge Katalysator nehmen. Man erhält dann ungefähr die gleiche Produktverteilung, möglicherweise 0,3 - 1 % mehr Koks. In der verwendeten Apparatur sind Katalysator-Konzentrationen bis zu 75 % anwendbar.

gez. Free



TITLE PAGE

5. Auszug aus: Bericht der Esso laboratories  
No. 16. 15.3.39. Entwicklung von Kontakten  
für katalytisches Kracken.  
Extract from report No. 16 (15.3.1939) of the  
Esso laboratories. The development of  
contacts for catalytic cracking.

Frame Nos. 287



A. H. D. D. D.

Wissenschaftsvertrieb  
14 958

27. Juli 1939 Schen/ly.

*J. Müller*

287

(3)

Ausgangspunkt:

Bericht der Essig-Laboratorien No. 16. 15.7.1939

Entwicklung von Kontakten für katalytisches Kracken.

- 1) Saueraktivierung von Bentonit-Erden,
- 2) Aktivierungsversuche an anderen natürlichen Silikaten,
- 3) Aktivkohle als Krackkatalysator.

1) Es gelang nicht, aus natürlichen Erden durch irgend eine Behandlung völlig beständige Kontakte zu gewinnen. Insbesondere bestätigte sich nicht die frühere (vermeintliche) Beobachtung, dass durch stark saurebehandelte Tone nicht mehr Kracken, wenn sie ununterbrochen regeneriert werden.

2) Aktivierungsversuche an anderen natürlichen Silikaten, sei es durch Säure oder durch Imprägnieren mit Aluminiumsalzen blieben ohne Erfolg.

3) Von den untersuchten Aktivkohlen zeigte Kalbraunkohle und nur diese erhebliche Krackaktivität. Die Aktivität klang ebenso schnell ab wie bei Superfiltral. Wie zu erwarten, konnte die Kohle auf dem normalen Weg nicht regeneriert werden.

gez. Schneider



TITLE PAGE

6. Standard Oil of Indiana: Summaries  
of reports on "Catalytic Refining".

Frame Nos. 288 - 289



*f. Müller*

(6)

Standard Oil of Indiana: Summary of reports on "Catalytic Refining"  
(Bericht vom 25.11.1938)

Der Bericht enthält Zusammenfassungen von Versuchs- und Besprechung-Berichten. Im folgenden ein kurzes Verzeichnis:

Katalytischen Kracken:

- 29.8.37 Kleinversuche am 100 cem-Zehr. Verschiedene Katalysatoren.
- 30.9.37 Vergleich mit thermischen Kracken.
- 8.3.38 Silikat-Kat., Butylbromid - Katalysator  
Versuche in größeren Öfen.
- 5.7.38 Reforming u.a. mit 3510, 508-B, Verschiedene Versuchsbed.
- 16.9.38 Kracken mit 10 Min. Zyklen; verschiedene Katalysatoren;  
Geyer-Kat.
- 23.11.38 Katalytische Dehydrierung.

Kat. Dehydrierung:

- 27.7.37 Dehydrierung einer C<sub>9</sub>-Fraktion mit verschiedenen Kat.
- 11.1.38 Verschiedene Katalysatoren, (u.a. Stickstoff Einfluss).  
Ihler Katalysator-Abbildungen beobachtet.
- 7.6.38 Weitere Kat.-Versuche

Gas-Isomerisation:

Es wurde nur geringe Oktanzahl-Verbesserung erhalten.

Umwandlung mit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bei hoher Temperatur:

- 21.1.36 Versuche mit Nickeloxiden bei 340-450°C.
- 7.4.36 Weitere Kat.-Versuche
- 13.5.36 " " " , Nickeloxiden etc.
- 13.10.36 " " "
- 31. 3.36 Umwandlung von n-Butylen in Isobutylen erfolgt bei 575°C  
mit VOP Kat. (H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>-Niedelgar). Superfiltrat isomerisiert  
und krackt.
- 12. 7.36 Weitere Kat.-Versuche. Abgas des Kat. Krackens hat mehr  
Iso-Butan als Abgas des thermischen Krackens.