

Wenn die Heizöl-Produktion in Gelsenberg werden soll, wird in der Weise gefahren, daß die beiden Abstreifer-Kolonnen des Benzol + Mittelöl-Schnitt bei etwa 305° liegen. Das Heizöl wird somit eine Qualität wie unter Spalte III angegeben haben.

Um in Gelsenberg ein dünneres Heizöl (vergl. Qualität IV) zu erzeugen, müßte ein Teil des Abtreifers bei 262° abgeschnitten werden; der andere Teil des Abtreifers könnte dann weiter bei 330° abgeschnitten werden. Diese Fahrweise läßt sich jedoch nur schwer durchführen, da die entsprechende Abtreiferdestillation nicht vorhanden ist. Eine andere Möglichkeit dünneres Heizöl zu erzeugen besteht darin, das Abtreifer Schweröl zu verdünnen mit 20-30 % Mittelöl von 200-330° siedend. Einen Vergleich der verschiedenen Fahrweisen zeigen nachstehende Schemata. Dabei ist zu berücksichtigen, daß diese aus den jetzt vorliegenden Abtreifersiedekurven ermittelt wurden. Es ist aber möglich, daß sich bei Durchführung der jeweiligen Fahrweise der Gleichgewichtszustand durch die Mittelölanreicherung etwas verschiebt.

jetzige Fahrweise	Erzeugungsmöglichkeit v. dicker Heizöl	Erzeugungsmöglichkeiten für dünneres Heizöl
		durch Zugabe von M. durch tieferes Ab- telo. 200-330 zum Schmelzen eines Teils Schweröl > 330 des Abstreifers
Zur Destillation	750 000 to Abstreifer	750 000 to Abstreifer 70 000 + 800 000 Abstreifer
Ölgeinn	75 000 Benzin -180°	75 000 Benzin -180° 7 000 + 88 000 B1 -180°
Heizöl	300 000 M. Öl -330°	250 000 M. Öl -330° 14 000 M. Öl 237 000 M. Öl -260° M. Öl -330°
	-	50 000 Heizöl > 305° 50 000 Schweröl 35 000 Schweröl > 330°
Zur Anrei- bung	375 000 Schweröl > 330°	375 000 340 000 Schweröl > 330° 340 000 Schweröl > 330° 75 000° M. Öl 330°

1) oder auch folgendermaßen: 750 000 to Abstreifer : 250 000 werden destillativ zu 25 000 B1 -180°
50 000 Mittelöl bis 260° und 175 000 Schweröl > 260°, davon werden 50 000 to als Heizöl abgeschiedet
und weitere 125 000 Schweröl gehen zur Anreibung. 500 000 to werden wie üblich bei 330° abgeschnitten
und ergeben 50 000 B1 -180, 200 000 Mittelöl -350 und 250 000 Schweröl > 330°

In allen Fällen, in denen ein Heizöl erzeugt wird, enthält das zur Anreibung gehende Abstreiferschweröl 21,3 % bis 330° siedendes Mittelöl. Man hat nur noch die Wahl, ob dieses Mittelöl von 200 bis 330° siedend soll oder 250° bis 330° oder 305 bis 330°. Gelsenberg wird, wie gesagt, bei Erzeugung des dickeren Heizöls zunächst die letztere Möglichkeit wählen. Es sei noch besonders darauf hingewiesen, daß das Gelsenberg Heizöl im Vergleich zu dem Scholvenner Heizöl ganz wesentlich viskoser ist.

Gelsenberg wird sofort versuchsweise auf die Fahrweise zur Erzeugung von Heizöl umstellen. In etwa 2 bis 3 Wochen wird eine Probe aus dem Großbetrieb nach Lu. gesandt gemäß Absprache mit Dr. Jakob. Gelsenberg hat dem Reichsamt mitgeteilt, daß die Erzeugung von 4 000 moto neben 25 000 Leichtbenzin (Vergl. Schreiben vom 2.1.42) ab Ende März aufgenommen werden könnte. Bis zu diesem Zeitpunkt wird Huls wieder in Betrieb sein und 7 - 8 000 m³ H₂/h an Gelsenberg zurückliefern. Es werden dabei alle 6 Kammern mit Zusatzkohlebefeinspritzung eingerichtet. Damit besteht die Möglichkeit 15 to Reinkohle je Stunde mehr zu verarbeiten, was der Ersparnis einer Kammer entspricht (Gelsenberg hat die Errichtung einer 7. Kohle- und einer 7. Gasphase-Kammer genehmigt bekommen).

gez. Becker

TITLE PAGE

14. Regeneration von Steinkohlebrei.
Regeneration of bituminous coal paste.

Frame Nos. 540 - 542

Aktennotiz Nr.

3c

1. Sitzung

4. September 1943

549

Metrische Eigenschaften von ...

Die ...

1.) ...

2.) ...

3.) ...

4.) ...

schwankenden Konzentrationen hergestellt werden konnten. In der gewählten Regenerationsart dürfte es sich zunächst um einen Breitbreitextrem dünn flüssigen (z.B. 35%) Gas aus der -Breitbreitkomponente entsprechend größer wählen und so der Kohlenstoffkonzentration beschalten konnte. Als dann später die Kohlenstoffkonzentration eingeführt war, stand nichts mehr im Wege, die gewählte Konzentration zu fahren und so die Wirtschaftlichkeit zu steigern.

5.) Die Fahrweise der Breitbreit-Regeneration wurde immer als durchaus durchführbar angesehen, so auf der Erfahrungsaustauschtagung in Schöller (April 1933) in dem von mir gehaltenen Referat: "... es wäre immerhin die Möglichkeit gegeben, die Regeneration bis etwa 300°C durchzuführen, bald er auch jetzt noch höheren Konzentrationen bis etwa 40%".

6.) Als zur Kammer mit größerem Durchmesser geplant wurden (Bleichhammer), wurden die verschiedenen Möglichkeiten der Aufheizung untersucht (untere Aktennotiz Nr. 1102 vom 17. 10. 1940). In dieser Untersuchung ist also die Fahrweise der Breitbreit-Regeneration der Fahrweise der Regeneration bei Breitbreit gegenübergestellt. Es zeigt sich, daß bei großen Durchmessern die Breitbreit-Regeneration die Vorteile der Regeneration bei Breitbreit gegen die Beherrschung der Widerstände und gegen die Belastung des Hochdruckkammerbals (Aufheizung des Dickbleis von 100 ab).

7.) Nach dem durch im August 1941 in einem Großversuch in Ludwigshafen die bisherige Anschauung nochmals bestätigt wurde, daß normaler Breit nicht über eine gewisse Temperatur im Breitbreit-Regenerator aufgeführt werden kann (ca. 340°C), dagegen niedere Konzentrationen sich problemlos bis zur Reaktionstemperatur aufheizen lassen, entschloß man sich endgültig, Bleichhammer als vierfach-Kammer-Anlage mit dem hohen Durchmesser von 70 t/Stk. zu bauen, was bei Breitregeneration nicht möglich gewesen wäre.

8.) Als im Frühjahr 1943 die H1-Schwierigkeiten und Krämpfe, ganz allgemein den Vorheizern zu entlasten, da wurde in einer Besprechung in Ludwigshafen im März 1943 neben anderen Maßnahmen die Einführung bzw. die Verstärkung der Regeneration empfohlen und auch auf dem im Jahre 1940 gehaltenen Referat verwiesen. Als Veranlassung der Regeneration wurde die Einführung des Kammergenerators empfohlen, der an kalter Stelle sitzt und der besonders den hohen Energieverbrauch der sog. Gasdruckkammer einpariert. Für Bleichhammer ist ebenso die Regeneration des Dickbleis zweckmäßig, um die besonders in Bleichhammer notwendige Entlastung des Vorheizers herbeizuführen. In der Aktennotiz Nr. 1891 ist für den Fall Bleichhammer besetzt, wie man unter Berücksichtigung der Möglichkeit der Steinbohle den höchsten Wirkungsgrad der Regeneration erzielen kann. Während demnach der Breitbreit auf Reaktionstemperatur und der Dickblei auf 320°C aufgeheizt werden können, so ist dies für den Breitbreit nur bis 340°C möglich, wobei also die Breitbreitregeneration auch wirtschaftlich unterlegen ist.

9.) Im Anschluß an diese Besprechung im März 1943 teilte Herr Dr. Klindt mit, daß Gelsenberg die Breitregeneration auch einführen wolle, und zwar abweichend von unserer Fahrweise den Breit durch das Röhren und vor dem Kammerbals zu fahren wolle. Gegenüber der Fahrweise mit dem Breitbreit vor dem

TITLE PAGE

15. Erhöhung der Schwelausbeute durch Zugabe von
Katalysatoren und zusätzlichem Wasserdampf.
Increasing the low temperature carbonization
yield by addition of catalysts and surplus
steam.

Frame Nos. 548 - 549

H. Schmitt

Erhöhung der Schwelausbeute durch Zugabe von Metallen
und zusätzlichem Wasserdampf.

(15) *H. Schmitt*

Von den Rührwerken Politz wurde im Rahmen des Erprobungsversuches mit Brief vom 2. 3. 43 mitgeteilt, daß sowohl im Laboratorium wie auch im Betrieb durch gleichzeitige Zugabe von Schwefel 1) und überschüssigen Wasserdampf eine Erhöhung der Schwelausbeute erreicht wurde. In dieser Beobachtung liegen weiterhin Erfahrungen beim Verarbeiten der Werke Gelsenberg und Scholven sowie ältere und neuer Versuche in Lud. Gelsenberg. Das vorhandene Material ergibt folgende Gesamtschau über die Wirkung und die Ergebnisse der Versuche:

I. Versuche im Laboratorium

- a) Ohne gleichzeitigen Zusatz von Wasserdampf wurde bei einem Wasserdampfdruck (bis 1,2 kg) keine vorwärtige Wirkung auf die Schwelausbeute beobachtet (siehe Tabelle 1, 2, 5).
- b) Ohne gleichzeitigen Zusatz von Wasserdampf verweilte der Inhalt eines Gefäßes von 0,2 g Schwefel, 0,2 g Kupfer und 0,2 g Soda die Schwelausbeute nur geringfügig (bis 0,5 - 0,8 % (Tabelle 3 und 4)).
- c) Ohne gleichzeitigen Zusatz von Wasserdampf wirkte die Zugabe von gelbem Pulver (Schwefel) in Menge von 0,15 - 1,5 g (Tabelle 6) auf die Schwelausbeute um 0,8 - 1,4 % (Tabelle 6) ist jedoch eine geringfügige Erhöhung der Schwelausbeute zu berücksichtigen.

II. Schon Zusatz von überschüssigen Wasserdampf allein (Spülwasser) verursacht starke Erhöhung der Schwelausbeute, d.h. hat Schwelausbeute von 71,2 % auf 82,3 % festgestellt. Der von Ludwigshafen gefundene niedrigere Effekt (siehe Tabelle 9) einer Erhöhung der Schwelausbeute von 80 auf 83 % bei 100 % Wasserdampfdruck ist damit zu erklären, daß bei den Ludwigshafener Versuchen Gas überleitet wurde, sondern in die kalte Retorte auf heiße Retorte eingeleitet wurde, wodurch die Wasserdampfdrucke gegenüber den Scholven Versuchen ungünstiger liegen. Gelsenberg (siehe Tabelle 5) fand für Politzer Schlauferrückstände durch Zusatz von Wasserdampf allein (Menge nicht angegeben) eine Erhöhung der Schwelausbeute von 78,5 % auf 85,1 %.

- 1) ebenso Selen und Tellur.
- 2) Versuche Borsäure, Gieß u. Kank.

III. a) Während ein Zusatz von Schwefel ohne gleichzeitige Wasserdampfzugabe keinen Effekt hat, gibt (siehe Tabelle 9) gemeinsame Schwefel- und Wasserdampfzugabe einen zusätzlichen Schmelzeffekt. Bei 100 % Wasserdampfzugabe wurde in Kugelofen die Schmelze ohne Schwefelzusatz von 80,9 auf 83,7 % gesteigert, bei Zugabe von 1,2 % Schwefel hingegen von 80,9 auf 83,7 % (Gehaltssteigerung keine nur eine sehr geringe Erhöhung von 0,2 % veranlassen in- f) sehr hoher H_2 -Dampf-Zugabe (Tabelle 5).

b) Für die gemeinsame Zugabe von Wasserdampf und einer Mischung von 0,3 % Schwefel + 0,3 % Sulfigran + 0,3 % Soda bewirkt 27 % Soda Monate ebenso wie unter Punkt IIIa ein zusätzlicher Schmelzeffekt (Tabellen 10 und 11) festgestellt werden.

c) Auch die gemeinsame Zugabe von Wasserdampf und gesättigtem Schwefelwasserstoff zeigt eine zusätzliche Wirkung des Schwefelwasserstoffs (Tabelle 12), die mehrfach größer ist als die Wirkung des H_2 allein ohne gleichzeitige Wasserdampfzugabe (Tabelle 5).

IV. Die Verschmelzung von festem Öl aus Schländerrückstand (Tabelle 13) zeigt gegenüber festem Öl noch stärkeren Wasserdampfeffekt (Vergleich zu Tabelle 11).

V. Die Katalysatorwirkungen wurden bisher bei technischem Pölitz, Schländerrückstand Pölitz, Schländerrückstand Scholven und Schländerrückstand Ludwigsafen Großversuch beobachtet.

Betriebsversuche.

Pölitz konnte durch Erhöhung der Wasserdampfmenge von 150 kg/St. auf 320 kg/St. und Zugabe von 1,2 % Schwefel seine Schmelze von 76,5 % auf 79,5 % bei Schländerrückstand aus Koks steigern und gleichzeitig die Durchsätze auf 3,5 - 3,8 t/St. in Kugelofen erhöhen.

Pölitz gibt neben Schwefel auch Sulfigran und Soda zu, da diese ebenfalls zusätzliche betrieblich insofern günstig wirken, als sie ein Plastischwerden des Schländerrückstandes verhindern. Andererseits wirken nach Pölitzer und Selgenberger Erfahrungen Alkalien ausbaufördernd. Pölitz hat durch Schwefelzugabe diese Veräufnerung der Schländerrückstände ausgeglichen bzw. festgestellt, daß eine geeignete Mischung von Schwefel, Sulfigran und Soda den gleichen ausbaufördernden Effekt zeigt, wie er bei Schwefelzugabe allein auftritt. Mit einer Mischung von 0,3 % Schwefel, 0,3 % Sulfigran und 0,27 % Soda und Erhöhung der Wasserdampfmenge konnte im Großen eine Ausbaufördererung von 76,5 % auf 86,5 - 87,9 % erreicht werden. Damit wurden die Ergebnisse der Kleinversuche in Pölitz bestätigt.

Scholven beabsichtigt Betriebsversuche mit erhöhter Wasserdampfzugabe (zur Zeit beträgt diese 150 kg/Ltr. = ca. 5 % auf Schländerrückstand).

1) Das Plastischwerden des Rückstandes ist auf unvollständige Ausschmelzung zurückzuführen.

Eigenschaften des Schmelzbleis

Wegen in Laborversuchen wie in Betrieb wurde von einer ein-
seitigen der Gasse und Mittelnahme im Schmelzblei ausgesetzt von
Gefahr und überhöhten Kosten festgestellt.

In dem oben genannten Versuch, bei dem in kleinen Mengen
mit verflüssigtem und ohne Lagerung im Schmelzblei wurde wurde
die Verflüssigung der Schmelzblei durch Beobachtung bei der in
dem Schmelzblei die Verflüssigung durch die Verflüssigung
durch Lagerung und Kontakt durch Veränderung der Temperatur
durch eine nicht die Kunst der Verflüssigung durch die
durch Lagerung von Schmelzblei in Form von Schmelzblei
durch Lagerung von Schmelzblei in Form von Schmelzblei
durch Lagerung von Schmelzblei in Form von Schmelzblei
durch Lagerung von Schmelzblei in Form von Schmelzblei

Anwendung des Schmelzbleis

Die Anwendung des Schmelzbleis in der Industrie angewandt
werden können. Man hat festgestellt:

1) Die Schmelzblei durch Lagerung in Schmelzblei gestellt ist
nicht durch die Lagerung in Schmelzblei zu hoch wird.

2) Die Wirtschaftlichkeit der Schmelzblei durch Lagerung
von Schmelzblei in Schmelzblei.

Man weist in dieser Zusammenfassung darauf hin, dass die
Schmelzblei durch Lagerung wie bei gleichzeitiger Lagerung von Schmelzblei
auf billigeren und einfacheren Weg durch weitere erzielte
Ersparnisse erreicht werden kann. Dies ist mit den einzelnen
Ersparnissen infolge vermindelter Lagerungskosten zu vergleichen
zu prüfen.

- Bank
- Gieß
- Bronte

1. Zusatz von 0,6 % S ohne H₂O-Dampf (Sohn)

Schwelensorte	ohne S	mit 0,6 % S
Schlendermehl 1	74,2 %	75,0 %
" 2	82,9	83,0
" 3	81,1	81,0
" 4	81,0	81,0
" 5	81,0	81,0
" 6	81,0	81,0
" 7	81,0	81,0
" 8	81,0	81,0
" 9	81,0	81,0
" 10	81,0	81,0
im Mittel	81,0 %	81,0 %

2. Zusatz von 0,3 % S ohne H₂O-Dampf (Sohn)

Schwelensorte	ohne S	mit 0,3 % S
Schlendermehl 1	79,5 %	79,5 %
" 2	82,9	82,9
" 3	80,6	80,6
" 4	80,6	80,6
" 5	83,6	83,6
" 6	83,4	83,4
" 7	83,0	83,0
" 8	83,3	83,3
" 9	81,8	81,8
" 10	78,3	78,3
im Mittel	81,0 %	81,8 %

3. Zusatz von 0,3 % S + 0,3 % Sulfiten + 0,2 % S ohne H₂O-Dampf (Sohn)

Schwelensorte	ohne Zusatz	mit 0,3 % S + 0,3 % Sulfiten + 0,2 % S
Schlendermehl 1	79,5 %	79,5 %
" 2	82,9	82,9
" 3	80,6	80,6
" 4	80,6	80,6
" 5	83,6	83,6
" 6	83,4	83,4
" 7	83,0	83,0
" 8	83,3	83,3
" 9	81,8	81,8
" 10	78,3	78,3
im Mittel	81,0 %	81,8 %

4. Zusatz von 0,3 % S + 0,3 % Sulfiten + 0,2 % S ohne H₂O-Dampf (Sohn)

Schwelensorte	ohne Zusatz	mit 0,3 % S + 0,3 % Sulfiten + 0,2 % S
Schlendermehl Grobversion	80,0 %	80,5 %

6. Zusatz von Wasserdampf und Kohlendioxid (auf 1000 kg)

Zusatz	Wasserdampf	Kohlendioxid
ohne		75
ohne	1%	78
mit	1%	77,1
mit	2%	77,3

7. Zusatz von Wasserstoffgas ohne Wasserdampf (in %)

Zusatz	Wasserdampf
ohne	72,2
0,15 % H ₂	73,0
0,35 % H ₂	75,0
1,0 % H ₂	77,2

7. Zusatz von Wasserdampf allein (in %)

Zusatz	Schwefelkohlenstoff
ohne	72,2 %
1 % H ₂ O-Dampf	74,0 %
2 %	75,0 %
5 %	82,8 %

8. Zusatz von Wasserdampf allein (in %)

Zusatz	Schwefelkohlenstoff
ohne	80,0
50 % H ₂ O-Dampf	81,5
100 % H ₂ O-Dampf	83,0

1) Menge nicht angegeben.

9 Zusatz von Wasserdampf und Schwefel (Lu)

Zusatz		Schwefel	Schnelldauer
% H ₂ O-Dampf	%		
ohne	ohne		80.0
ohne	2		81.0
5	2		81.5
7.5	2		82.4
10	2		83.7
20	1.7		87.5
10	ohne		83.0

10 Zusatz von Wasserdampf und Schwefel + Sulfid + Soda (Schn)

Zusatz		Schnelldauer
% H ₂ O-Dampf	% Katalysator	
ohne	ohne	74.0
5	0.3 % S + 0.3 % Na ₂ S + 0.27 % Na ₂ CO ₃	78.5

11 Zusatz von Wasserdampf und Schwefel + Sulfid + Soda (Lu)

Zusatz		Schnelldauer
% H ₂ O-Dampf	% Katalysator	
ohne	ohne	80.0
ohne	0.3 % S + 0.3 % Na ₂ S + 0.3 % Na ₂ CO ₃	80.5
10 %	ohne	83.0
20 %	0.3 % S + 0.3 % Na ₂ S + 0.3 % Na ₂ CO ₃	85.7

1. The first part of the document is a list of names and titles, including the names of the members of the committee and the names of the individuals who were interviewed. The names are listed in alphabetical order.

2. The second part of the document is a list of questions that were asked during the interviews. The questions are listed in the order in which they were asked.

3. The third part of the document is a list of answers to the questions. The answers are listed in the order in which they were given.

4. The fourth part of the document is a list of conclusions that were drawn from the interviews. The conclusions are listed in the order in which they were drawn.

5. The fifth part of the document is a list of recommendations that were made as a result of the interviews. The recommendations are listed in the order in which they were made.

TITLE PAGE

16. Bericht der Besprechung über Kohleaufbereitungsanlagen bei der Mineralol-Baugesellschaft m.b.H. Berlin am. 14.2.1941.

Report on a conference held at the premises of Mineralol-Baugesellschaft Limited Co., Berlin on the 14th, 2, 1941. Subject: Coal preparation plants.

Frame Nos. 550 - 554

Prof. Dr. G. G. Lu

1

=====
Bericht der Besprechung über Kohleaufbereitungsanlagen
=====
bei der Mineralöl-Baugesellschaft m.b.H., Berlin
=====
am 14.2.1941.
=====

In Besprechungen mit Vertretern der Firmen Klöckner-Humboldt-Deutz und Heckel, Saarbrücken, wollte man einen Überblick über die Anlagekosten einer schlüsselfertigen Tromp-Anlage und Cascadyn-Wäsche, einschliesslich der notwendigen Nebenanlagen, und über die jeweiligen Betriebskosten der Anlagen gewinnen.

1) Besprechung mit Klöckner-Humboldt-Deutz.

Dipl.-Ing. Ditor	Humboldt
Dr. W. Krönig	Oberschles. Hydrierwerke
Dipl.-Ing. Dibbern }	
Obering. Kreiselmeyer	Hydrierwerke Pölitze
Dir. Dr. Fischer (zeitweise)	Mineralöl-Bauges.
Dipl.-Ing. Loosen }	
Dr. Gieg	I.G. Lu

Der Besprechung wurde eine herzustellende Hydrierkohlenmenge von 1,75 Mill. Jato = 365 Stato (300 Arbeitstage, 2-schichtig) aus einer Rohkohle, bestehend zu 55 % aus Feinkohle 0-10 mm und zu 45 % aus Kohle 10-80 mm, und als Kohlentyp die Kohle der Heinitzgrube, Beuthen O/S, zu Grunde gelegt. Die ungewaschene Feinkohle hat ca. 16-18 % Asche/TK, 8 % Wasser und die Grobkohle 10-80 mm ca. 11,5 % (beklaubt ca. 9 1/2 % Asche/TK, 5 % Wasser und gewaschen ca. 7 % Asche/TK und 6-7 % Wasser).

Die Feinkohle wird auf einer Setzmaschine auf 4 % Asche/TK gewaschen und die Kohle 10-80 mm wird, unterteilt in 10-40 und 40-80 mm im Verhältnis 30 % : 15 % auf die Gesamtmenge bezogen, in dem Schwerflüssigkeitskasten (Magnetit-Aufschlammung,

horizontale Strömung im Kasten) auf 4 % Asche entascht.

An Hand der Waschkurven wurden für die Kohlensortimente folgende Ausbeuten von Humboldt angegeben:

0-10 mm	11 % Staub, 22 % Asche (geht nicht in die Wasche)
	70 % Hydrierkohle mit 4 % Asche
	13 % Berge " 67 % "
	6 % Mittelprodukt " 25 % "
10-40 mm	75 % Hydrierkohle mit 4 % Asche
	25 % Mittelprodukt " 22 % "
40-80 mm	70 % Hydrierkohle mit 4 % Asche
	30 % Mittelprodukt " 17,5% "

Auf die Gesamteinsatzmengen bezogen sind also folgende Ausbeuten zu erwarten:

aus 0-10 mm Kohle	38,5 % mit 4 % Asche
" 10-40 mm "	22,5 % " 4 % "
" 40-80 mm "	10,5 % " 4 % "
	<u>71,5 %</u>

Diese 71,5 % Ausbringen vermindern sich noch um 2 1/2 % Schlamm mit 25 % Asche, sodass das endgültige Ausbringen mit 4 % Asche beträgt: 69 %.

An Mittelprodukt fallen an:

aus 0-10 mm Kohle	3,3 % mit 25 % Asche
" 10-40 mm "	5,7 % " 22 % "
" 40-80 mm "	4,5 % " 17,5% "
	<u>13,5 %</u> " 22 % "

An Berge fallen an:

8,95 % mit 66% Asche.

An Staub fällt an:

6,05 % mit 22% Asche.

Die pro Stunde hergestellte Hydrierkohlenmenge setzt sich dann zusammen:

aus 200 t	0-10 mm
" 115 t	10-40 mm
" 50 t	40-80 mm
	<u>365 t/Std.</u>

Die Kosten einer Anlage für die Leistung von 365 stuto Hydrierkohle betragen:

<u>Anlagekosten:</u>	RM 4 500 000.-
Entladungseinrichtung	" 1 000 000.-
Unvorhergesehenes	" 500 000.-
	<u>RM 6 000 000.-</u>

Betriebskosten:

Mannbedarf/Schicht: 40 Mann

Entladung	8	Mann
Transportanlagen	2	"
Vorklassierung	2	"
Schwerfl.wäsche	5	"
Sichtanlage	1	"
Setzwäsche	2	"
Entwässerung und Bunkerung Feink.	4	"
Bunkerung Grobkohle	1	"
Verladung	2	"
Nachwäsche	1	"
Bunkerung Mittelprod.	1	"
Filterung von Staub	1	"
Abzug der Kesselk.	1	"
" " Berge	1	"
Reinigung	4	"

36 Mann + 2 Aufseher + 1 Meister.

Instandhaltung und Reparaturen:	4 %	des Anlagekapitals
Kraftbedarf	5	KW/1 t Durchsatz
Wasser	200	Ltr./1 t Durchsatz
Schwermittel	0,6	kg/1 t Durchsatz (Magnetit RM 60.-/1 t)
Pressluft von 2 atü	5	m ³ /1 t Durchsatz
Dampf (Raumheizung)	2	t/Std.
Schmiermittel	0,01	RM/1 t Durchsatz.

Für die Wegschaffung der Berge sind ca. RM 1.- bis 2.-/t aufzuwenden.

2) Besprechung mit der Firma Heckel, Saarbrücken.

(Schwereflüssigkeit nach Cascaydyn)

Anwesend die Herren:

Dr. Vohmann	}	Heckel
Trümpelmann		
Müller		
Dr. W. Krönig	}	Oberschles. Hydrierwerke
Dipl.-Ing. Dibbern		
Obering.Kreiselmeier		Hywerk Pölitz
Dipl.-Ing. Loosen		Mineralölbau
Dr. Gieg		I.G. Lu .

Zur Aufbereitung soll eine Menge von 3 200 tato Rohkohle kommen, und zwar bestehend aus

50 % Feinkohle 0-10 mm der Beuthengrube
17 % Grobkohle 10-90 mm " "
33 % " 10-90 mm " Heinitzgrube.

Aus der Feinkohle lässt sich eine Hydrierkohle mit 4 % Asche mit 53,8 % Ausbringen herstellen = 85 % des theoretisch möglichen Ausbringens. Die Grobkohlen erfordern eine getrennte Wäsche für das optimale Ausbringen an Reinkohle, da die Kohlen der einzelnen Gruben für das optimale Ausbringen eine verschiedene Wichte benötigen.

Die 3 200 t Rohkohlen werden hiernach zerlegt in:

1)	900 t Hydrierkohle	3-10 mm mit 4 % Asche
	358 t "	10-90 mm " 4,9 % "
	700 t "	10-90 mm " 4,8 % "
	1 958 t Hydrierkohle	4,32 % Asche
2)	200 t Restkohle	0-3 mm mit 8 % Asche
3)	689 t Mittelgut	" 28,2 % "
4)	253 t Berge	" 60 % "
	3 200 t.	

Anlage- und Betriebskosten zur Aufarbeitung der
3 200 t tate Rohkohlen

- 1) Anlagekosten RM 2 500 000.-
" 1 000 000.- für Betonarbeiten und elek-
trische Einrichtungen
" 250 000.- Verladetaschen
" 30 000.- Gleisanlage und Bandwaage
RM 3 780 000.-
" 220 000.- Unvorhergesehenes
RM 4 000 000.- für schlüsselfertige Anlage.

Für Verdoppelung der Anlage soll der Faktor = 1,9 sein.

2) Betriebskosten:

Leutebedarf pro Schicht:	9 Mann + 1 Meister
Reparaturen	9,3 Pf/1 t Durchsatz
Schmiermittel	1,7 Pf/1 t "
Kraftverbrauch	3 KW/ 1 t "
Wasserverbrauch	200 Ltr/1 t "

gez. Gieg.

TITLE PAGE

17. Besprechung in Scholven.
Conference at Scholven.

Frame Nos. 555 - 560

J. Schwan
Chemiegeb. 3. St.
König

Besprechung in Scholven.

Teilnehmer: Von Scholven: Dir. Dr. Urban (zeitweise)
Dr. Schmidt
Dr. Ruschmann
Dipl.-Ing. Sterker (zeitweise)
Dipl.-Ing. Ruschmeier (zeitweise)

(17)

Von I.G. Lu : Dr. Krönig.

Rückstandsaufarbeitung.

1) Schmelofen.

Es wurde diskutiert, ob es zweckmäßig ist, den jetzigen liegenden, oberhalb der Schweltrommel angeordneten durch einen entfernt aufgestellten senkrechten Vorheizer zu ersetzen. Chemisch besteht zum Übergang auf den senkrechten Vorheizer kein Grund, denn es ist bisher kein Anzeichen dafür vorhanden, daß der liegende Vorheizer etwa einseitig unten verkocht. Mechanisch sprechen vielleicht einige Gründe für den senkrechten Vorheizer, insbesondere, daß der Ausbau von Rohren im senkrechten Vorheizer rascher geht. Würde man sich entschließen, alle Öfen mit getopptem Abschlamm zu betreiben, so könnte man erwägen - wie dies Scholven tut - für je 4 Öfen einen Vorheizer mit einer Toppkolonne vorzusehen; doch erscheint für ein neues Werk eine solche Koppelung unzuweckmäßig. Auf jeden Fall erscheint es richtig, die Art der Beheizung des Vorheizers zu verbessern. Ein großer Nachteil in Scholven ist die ungleichmäßige Verteilung des Wälzgas auf die ganze Länge der Vorheizerröhre (Bild 1). Dies wird natürlich besonders schlimm, wenn der an sich nicht besonders glückliche Wälzgaskanal sich noch deformiert (Bild 2). Dann brennt ein Teil der 12 Vorheizerbrenner fast unverdünnt durch Wälzgas gegen die Rohre des Dampfüberhitzers, die dann verzundern. Scholven versucht

No. 214

dies jetzt durch Verlängerung der Wege der Brennergase (Herauführen schrag von unten) zu vermeiden (Bild 3). Richtiger aber erscheint es, überhaupt von der Unterteilung in 12 Brenner abzugehen (womit auch eine Betriebsvereinfachung ¹⁾ verbunden wäre) und einen (oder höchstens zwei) zentralen Walzgaserhitzer zu verwenden, mit entsprechend verbesserter Walzgasführung (Regulierklappen). Eine Stufe dorthin macht jetzt gerade Scholven, indem es zwecks Erhöhung der Leistung der Kugelföfen in die Leitung des Walzgases zu den Brennern zentral hinter dem Gebläse einen Walzgaserhitzer eingebaut hat. Für die Bemessung ²⁾ des zentralen Brenners sollten folgende Daten zugrundegelegt werden:

2,5 - 4,5 t/h Schl. ^{euer}-Rückstand durch den Vorheizer
 100 kg/h ND-Dampf durch Überhitzer ⁴⁾

bezw. bei Zwischenschaltung einer Topfkolonne

50 - 200 m³/h Hy-Abgas durch Vorheizer
 200 - 350 m³/h Hy-Abgas durch Überhitzer.

Da die spätere Einschaltung einer Topfkolonne ⁵⁾ zum mindesten in Frage kommt, wird der Vorheizer zweckmäßig auf die maximalen Mengen ausgelegt, auch wenn vorläufig ohne Topfkolonne gebaut wird ³⁾.

An der großen Zahl der Brenner für die Trommelbeheizung soll festgehalten werden, doch müssen die Brenner als Breitbarten ausgebildet werden, da die Schildebrenner zu lokale Überhitzung einzelner Segmente der Trommel bewirken.

Als Füllkörper für den Kugelföfen sind nach dem heutigen Stande die Scheibenkreuzkörper am geeignetsten. Sie halten 6 Monate und werden dann als Schrott verkauft.

- 1) Eine zentrale Regelung aller 12 Brenner ist bisher erst einmal gelungen. Bei Heizwertschwankungen muß prinzipiell an jedem Brenner reguliert werden.
- 2) Das Hinzutreten des Abgases der Trommelbeheizung zum Walzgas würde beibehalten werden.
- 3) Ein unmittelbarer Vorteil des Topfens des Schl. ^{euer}-Rückstandes ist bisher nicht erkennbar.
- 4) Für den Überhitzer ist hochhitzebeständiges Material vorzusehen.
- 5) Die Ablaufbleche in der Topfkolonne haben keine Stützen, wirken aber trotzdem. Die günstigste Form der Topfkolonne steht noch nicht fest.

Alle 1. & 2. Monats mit Ofen wegen Verkohlung ausgeräumt werden, d. h. von 3. bis weiter bis in Monat ausgeräumt.

Als Bromelmaterial benutzt sich J. & IV. versehen mit Paue rung aus J. & IV. Ein Vorteil der rasenitplattierten Ofen gegen diese Anordnung kann nicht mit Sicherheit behauptet werden. D. H. käme 1. Frage der wo 2. 3. 4. 5. für die Panzerung propagierte Mangen stahl, doch hier er darf er noch keine praktische Erfahrungen vor.

Für die Exkretion unverstärkt vor der 2. Diäten werden 3 Proben mit 100 mg getropfen 2. 3. 4. 5. in verschiedenen Tagen gemacht, und untersucht. Es handelt sich um salzarmen Bäckstaub, der aus Ammonium I (b. Soda) erhalten wurde.

2) Abwässerung des Bäckstaubs.

Patroneventile von den Entepannungs-Gefäßen sind nicht unbedingst notwendig, aber eine Dose (12 mm) zur Reinigung des Stromes ist notwendig. Außerdem 2 wechselseitig zu führende Düsen mit je 2 Ventile davon. Ventile dahinter sind nicht nötig, da Klappen- apparat in Entepannungsgefäßen bei Ausdehnung der Gase genügt.

1) Stacks eines alten Ofens. Diese Panzerung hielt 4 Jahre.

558

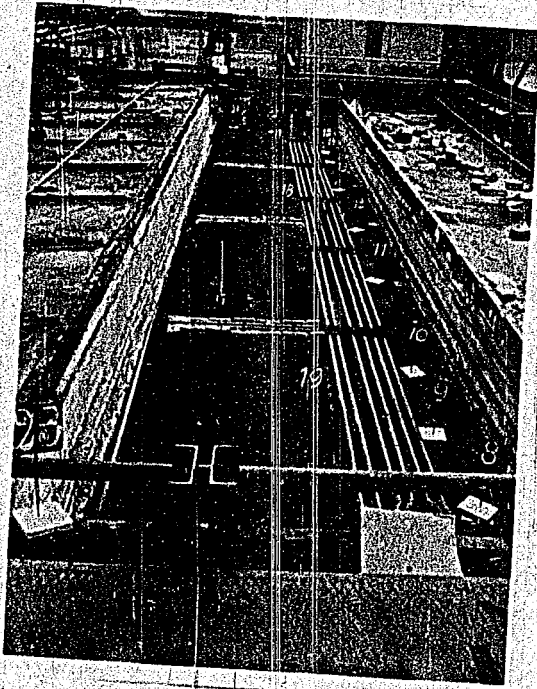


Bild 1
Übersicht über die ganze
Länge der Vorheizrohre
beim Scholvenner Kugelofen.

559

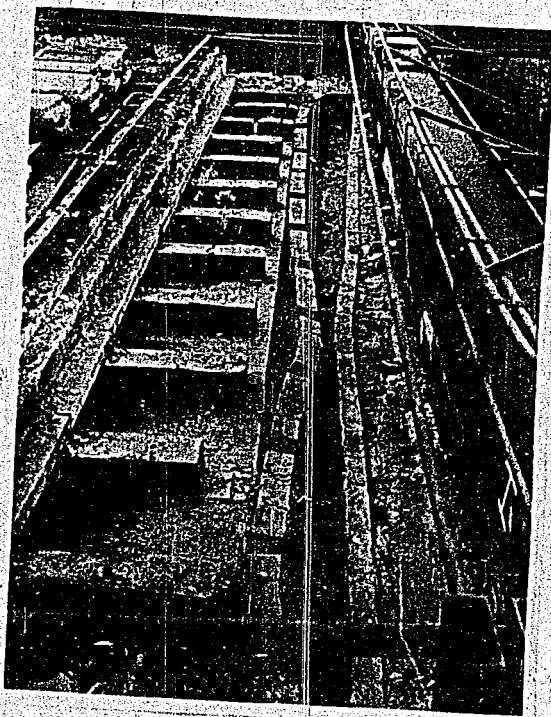


Bild 2
Deformierter Walzkanal
im Vorheizler eines Kugel-
ofens Scholven.

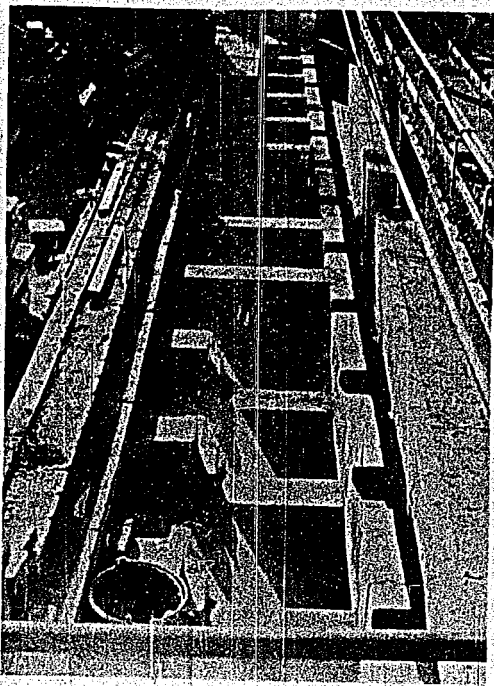


Bild 3

Neue Anordnung der Brenner-
kanäle am Vorheizger eines
Kugelofens Scholven.

TITLE PAGE

18. Aufheizung mittels überhitztem Wasserstoff.
Heating up by means of super-heated
hydrogen.

Frame Nos. 561 - 563

Aktennotiz

Betr.: Aufheizung mittels überhitztem Wasserstoff.

18

Gegen den Vorschlag des Herrn Dr. Herrmann, durch Mischung mit überhitztem Wasserstoff (1080) und mässig vorgehitztem Brei (3350) die Ofeneintrittstemperatur (4100) zu erzielen, bestehen folgende Bedenken:

- 1 a.) Die ersten Aufheizversuche im Grossen, in der sogenannten 800er-Apparatur, wurden 1926 auf ähnliche Weise durchgeführt. Der Brei wurde auf 300°C aufgeheizt, dann wurde H₂, der in elektrischen Immenbrennern auf 500-550° überhitzt wurde, zugegeben. Es traten starke Verkolungen ein, sodass es als Fortschritt betrachtet wurde, als man später zur gemeinsamen Aufheizung von Brei und H₂ in gasbeheizten Vorheizern überging. Man hat auch später als Regel angegeben, den H₂ nicht mehr als 50° über die Reaktionstemperatur aufzuheizen, falls man die Eintrittstemperatur in den Ofen mittels Mischung herstellt oder überhaupt, wenn man heisseres H₂ zuzügelt, so wie dies später bei den von uns vorgeschlagenen Gashaarnadeln der Fall war. Es ist also eine um 100° über der Reaktionstemperatur liegende H₂-Temperatur nach unserer Meinung schädlich.
- 1 b.) Die vorgeschlagene Fahrweise hat einen Fahrtechnischen Nachteil, der darin besteht, dass bei Schwankungen des Eingangsgases - wie sie immer wieder auftreten - die Ofen-temperatur ähnliche Schwankungen mitmacht, da der Vorheizer nicht mehr die gleiche Pufferwirkung hat wie bei unserer bisherigen Fahrweise. Fällt zum Beispiel die Eingangsgasmenge um 10 %, dann müsste die Temperatur des Gases entsprechend ansteigen um die Ofen-temperatur aufrecht zu erhalten. Dies tut jedoch der Vorheizer nicht, es wäre sogar nicht einmal erwünscht, da die Wandtemperatur über das erlaubte Mass ansteigen würde. Schwankungen in der Eingangstemperatur sind jedoch unsoweniger tragbar als man bereits schon eine tiefe Eintrittstemperatur in den Ofen gewählt hat.
- 2.) Der von Herrn Dr. Herrmann für die Gashaarnadeln angegebene K-Wert von 12 ist zu hoch. Dieser Wert kann nur für saubere, d.h. neue Haarnadeln, eingesetzt werden. Nach kurzer Zeit sinkt der Wert auf etwa 10 herab. Der Grund ist die Bildung von Schwefeleisen an Inneren der Haarnadel. Dieser Wert von etwa 10 gilt für eine Aufheiztemperatur des H₂ auf max. etwa 450°, wie dies bei den bisherigen Gashaarnadeln in Nordstern und Scholven auftrat. Nach Rücksprache mit unserer Materialprüfung ist jedoch bei einer höheren Aufheizung, z.B. auf 500°, mit einer wesentlich stärkeren Bildung von Schwefeleisen zu rechnen. Es wird noch in der Literatur nachgesehen, wie hoch dieser Wert etwa liegen wird. Vorerst soll mit der doppelten bis 5-fachen Erhöhung gerechnet werden. Ist also mit einer weiteren Abnahme des K-Wertes zu rechnen, so muß die Breimenge reduziert werden.

3. Aug. 1943
94897

H. Herrmann 569
Aufgezeichnet
Schr.

563

Anlage zu
Artenotiz Nr. 1913.

Ludwigshafen, den 3. August 1945/jchr.

WBlzgasstrom	m ³ /h	150 000	(51 000)
Durchsatz	t/h	39	
	m ³ /h	3 000	51 000
Wärmewert	Kcal/°C	22 390	16 850
Temperaturbild	°C	445 ← 546	546 ← 590
		335 ← 120	508 ← 385
Temp. Differenz	°C	110 ← 426	38 ← 205
K-Wert	Kcal/°C, h, m ²	235	99
Fläche	m ²	6.0	10.0
Wärmeleistung	10 ³ Kcal/h	17 1/2 · π 200	11 · π 200
		4 840	2 070
Rohrwandtemp.	°C		
unverkrustet		406 395	524 469
		391 331	514 418
verkrustet	°C	419 395	527 487
		408 351	519 445
Dicke der Kruste	mm	5	1

gez. Wilde

TITLE PAGE

19. Entlastung der Sumpfphase - Vorheizor.
Relief of the Sumpf phase pre-heaters.

Frame Nos. 564 - 575

3d

H. J. Simon
S. J. J. J.

Hydrierwerk Scholven
Aktiengesellschaft

(19)

Gesellschaft für

1943/1944
1/12/43

Entlastung der Hauptversammlung

Die häufigste aufgetretene Schwierigkeit bei 10-
Bar und die dadurch hervorgerufenen angedeuteten Lage in der
Inbetriebnahme machte eine Überprüfung der Vorheiz- der
700 at-Anlagen, besonders des Vorheizers überaus notwendig
mit dem Ziel den Vorheizer zu optimieren, insbesondere die
Wandtemperatur zu erniedrigen.

In der am 22. März 1943 in Gelsenkirchen abgehaltenen
Besprechung, an der Ihr Herr Direktor teilgenommen wurden
zweckentsprechende Maßnahmen erörtert.

Die wesentliche scheint uns die Aufstellung eines fünften
Ofens, in dem der Rest des Vorheizers möglichst mit gerade noch
angemessener Temperatur gedehnt wird, sodann der Rest im
diesem Vorheizer oder auch im Rest des Vorheizers die
volle Reaktions Temperatur erreicht.

Zusammen mit anderen Maßnahmen dient sich die wesentliche
Vorheizereinstellung erzielen; gleichzeitig wird eine wesentliche
Heizleistung erreicht.

Es soll noch vermerkt, dass das bald auszuführende Hochdruck-
Hohlrohrprogramm die Beschaffung dieses zusätzlichen Ofens
erlaubt wird.

Den Bericht über die Besprechung am 22. März 1943 liegen wir
in Anlage bei.

Herrn Direktor
Gelsenkirchen

Anlage

Bericht

über die Besprechung am 22. März 1943 in Lu 558.

Anwesend: von Blechhammer: Dir. Josenhann, Dr. Kimmwils, O. J. Wöhrer.
" Gelsenberg: Dr. Klinkhardt
" Pölitz: Dir. Dr. Wissel, Dr. Senke
" Rheinbenzin: Dir. Dr. Fockert,
" Ruhrl.: Dr. Schirrmacher.
" Rohöl: Dir. Dr. Urban,
" Lanna: Dr. Becker.
" ZA. Lu: OI. Berger, OI. Koch, Dr. Olsch.
" Hochdruck: Dr. Schappert.
versuche Lu: Dir. Dr. Pier und Mitarbeiter

Betr.: Entlastung der Sumofphase-Vorheizer.

Zusammenfassung:

Die 700 at-Gasvorheizer der Steinkohle-Anlagen sind größtenteils mit H 10-Naarnadeln bestückt. Zur Erhöhung ihrer Lebensdauer und Betriebesicherheit werden folgende Massnahmen vorgeschlagen, die gleichzeitig auch eine wesentliche Heizgaseinsparung mit sich bringen:

- 1.) Einbau eines fünften Ofens in jede 4-fach Kammer, in welchen die Temperaturspitze des Vorheizers verlegt wird.
- 2.) Einbau eines Gasregenerators, der die im Destillatgasgemisch noch enthaltene Wärme weitgehend ausnützt.
- 3.) Die Kaltbrei-Fahrweise.
- 4.) einige andere Massnahmen, deren Auswirkungen jedoch geringer sind.

Selbstverständlich tritt ebenso eine starke Entlastung ein, wenn eine Anlage von der Gasregeneration auf Kreiregeneration übergeht, z.B. die Regeneration von Müntrei, die sich bewährt hat.

Es wurden auch chemische Massnahmen erörtert, besonders solche, welche auf die Hintanhaltung der Verkrustung abzielen.

21844

A.1 Wärmetechnische Maßnahmen

An Hand der Tabelle I (Anlage I) werden die Aufheizverhältnisse in den Sumpfkammern der einzelnen Werke erläutert:

Man kann nach der Art der Regeneration 4 Gruppen unterscheiden: Darnach steigt die in der Regeneration übertragene Wärme von 35 % der Gruppe I (Gasregeneration Gelsenberg) auf 84 % der Gruppe IV Leuna, wo ausser der Gesamtregeneration noch eine Abschläm-Regeneration vorhanden ist.

52% In Blechhammer, wo ähnlich wie in Pöhlitz die Dünndrei-Regeneration vorgesehen wird, beträgt dieser Prozentsatz 32 % und es muss daher hier bei dem überaus hohen Durchsatz von 70 t/h die grosse Wärmemenge von 14 000 000 kcal/h effektiv, bei einem Wirkungsgrad von 70 % des Vorheizers, zugeführt werden. Diese Wärmemenge stellt die Verbrennungswärme von 1,5 t Öl dar, wobei die anfallende Wärmetönung mit 12 000 000 kcal/h die gleiche Grössenordnung hat (440 kcal/1 kg abgebrannter Reinkohle).

Die aufgetretenen Schwierigkeiten beim N 10 Material erfordern es notwendig, den Wandtemperaturen der Haarnadeln eine erhöhte Aufmerksamkeit zu schenken: An der heissesten Haarnadel der Steinkohle-Vorheizer 700 at beträgt die Wandtemperatur im neuen Zustand innen etwa 470°
und aussen " 435°

In Blechhammer dagegen liegen diese Temperaturen wegen der erforderlichen hohen Wülgaseintrittstemperatur von 600° auch beim neuen Vorheizer um etwa 40° höher, sodass gegenüber der neuerdings festgelegten Temperaturgrenze für N 10 Material von höchstens 520° (innen) fast keine Sicherheit mehr vorhanden ist.

Bei den in Gelsenberg und Pöhlitz beobachteten Verkrustungen von etwa 10 mm im heissen Teil des Vorheizers steigen die Wandtemperaturen um etwa 30-50° gegenüber dem unverkrusteten Zustand an. Diese Werte wurden mit Thermoelementen festgestellt und stimmen auch mit den Rechnungen ziemlich gut überein, wobei für die Kruste eine Wärmeleitfähigkeit von 1,5 kcal/m²·C²·h zugrunde gelegt ist.

Soweit nun in einem Vorheizer noch Reserven liegen, also jene Temperaturgrenze von 520° noch nicht erreicht ist, kann man bei auftretender Verkrustung die Wülgasstemperatur entsprechend steigern, wobei natürlich auf die Gabeltemperatur Rücksicht zu nehmen ist.

Gelsenberg hat nun ausserdem die Eintrittstemperatur in den Ofen I sehr stark zurückgenommen und zwar von 425° auf 390° und somit eine starke Entlastung des Vorheizers erreicht. Erst, wenn auch dieses Mittel erschöpft ist, muss der Durchsatz gesenkt werden; eine Wirtschaftlichkeitsrechnung zeigt jedoch, dass eine Abstellung der Kammer und Reinigen des Vorheizers zweckmäßiger ist.

Nach Allen ist es dringend notwendig, eine Entlastung des Vorheizers, besonders des Blechhammer-Vorheizers, durchzuführen. Es ergaben sich zunächst folgende Wege, dieses Ziel zu erreichen, was schrittweise am Blechhammer-Vorheizer überschlägig dargelegt werden soll:

I. Man verdrängt die Regenerationsgasbildung

Wegen Zünden eines Gasgemisches von 20% Gas und 80% N₂ (ausgesaugt mit 200° C Luft) wird durch die Regenerationsgasbildung (Wärmeabfuhr) 1.000 kcal/h oder 150.000 kcal/jahr und weiter, sodass der ausströmende Gasstrom in 10 Minuten Zeit sich 1 Jahr (1000) erwärmt.

Einfluss der Konzentration von N₂ und O₂ auf die Durchdringung der Katalysatorbetten durch die Regenerationsgasbildung. Herr Dr. Wissel glaubt, dass es auf Grund der Pollitzer Erfahrung möglich ist, die gegen N₂ und O₂ gegen das Zünden von Dichtungen mit 55% Konzentrationen werden keine Einwände gemacht.

Man müsste versuchen, auch für 700 m³ eines Abschlamm-Regenerationsgasgemisches wie aus dem Jahre 1930 im Jahre 1930, 200 m³ im Betrieb ist, vor in 1000 Schichten ein Teil des Katalysators gegen den Abschlamm regeneriert wird. Da die Abschlammregeneration (Abschlamm) (Katalysator) gegen Abschlamm (Vorwärmung des Katalysators) noch nicht technisch entwickelt ist, sollte man versuchen die im Destillatgasgemisch enthaltene Wärme soweit als möglich auszunutzen.

Der in Blechhammer für die Kühlung des Abschlammes berechnete vorgesehene Wasserdampfdruck stellt eine Wasserdampfmenge dar, die häufig technisch noch nicht gelöst werden kann. Da in einem solchen Katalysator 3.000.000 kcal/h in Form von Dampf gewonnen werden, so wird tatsächlich jener Wirkungsgrad für den Blechhammer Vorwärmer von 52% auf 68% erhöht.

II. Man baut einen fünften Ofen in die Kammer ein

Bei den Halsenberg-Kammern zeigte es sich, dass die Vorwärmung der Austrittstemperatur, die bisher meist bei 425° C gehalten wurde, auf 390° C gesenkt werden kann, ohne dass die Reaktion "ausgelöscht" wird. Dabei wird durch die im Ofen sich ausbreitende Rückstrahlung des aus Ende des Ofens bereits um 200° C heißeren Produktes das Erreichen der Reaktionstemperatur außerordentlich beschleunigt. So zeigte sich in Halsenberg und Pollitz, dass von der Gesamtwärmeabfuhr etwa 50% - 60% entsprechend rd. 3.000.000 kcal/h im ersten Ofen auftreten und dass die max. Reaktionstemperatur von 478° C durchweg bis zum Ende des ersten Ofens erreicht wird. Man wird jedoch aus Sicherheitsgründen die Ofeneintrittstemperatur nicht auf 390° C sondern auf 400° C legen. Für den Vorwärmer bringt diese Wegnahme der Temperaturspitze von 400° - 425° natürlich eine bedeutende Entlastung. Bei gleicher Wärmedehalle kann sich die Wälzgasaustrittstemperatur s.u. in Falle Blechhammer von 600° auf 540° herabnehmen, wobei die Rohwandtemperaturen entsprechend gesenkt werden.

Auch rein wirtschaftlich betrachtet bringt der fünfte Ofen einen Gewinn.

1. in Halsenberg (Gasregeneration)

Hier wirkt sich die geringere Kaltgasmenge, die durch die niedrigere Ofeneintrittstemperatur benötigt wird auf die Gasregeneration kaum aus, sodass die der Temperaturdifferenz von 25° entsprechende Wärmemenge von ... als

Eine weitere Maßnahme, um Verunreinigungen zu vermeiden, wäre die Reinigung der Gasmenge in der Vorheizung. Zum Nachweis wurde beim Ultraschallversuch festgestellt, dass die Gasmenge die sich bei 0,54 m³/h Gas ausströmt zu prüfen wäre. Die Vorheizung eine Heizung der Gasmenge ohne Beeinträchtigung der Qualität der Gasmenge und des Nachdruckens möglich ist. Bei einem Teil der Gasmenge könnte von Seite Wessling auf die Vorheizung gegeben werden. Von Seite Wessling wird darauf hingewiesen, dass bei Verunreinigung der Gasmenge die Innertemperatur erhöht werden muss. Die Verunreinigung der Gasmenge verursacht bei gleicher Abwärtstemperatur eine Verschlechterung der Feststoffleistung.

Bei Einstellung der Vorheizung Ausgangstemperatur wäre dem zu folgen, wenn Stoffe mit starker Wärmetönung wie z.B. SO₂, die in der Vorheizung verbleiben könnten. Soll diese 1 kg SO₂ 310 kJ und verbleibt dabei 2,1 g Wasserstoff. Eine solche Stoffmenge ist die Aufbringung der Spitztemperatur in Folge, was man nicht gleichmäßig die katalytische Wirkung des enthaltenden Schwefelwasserstoffstoff messbar machen.

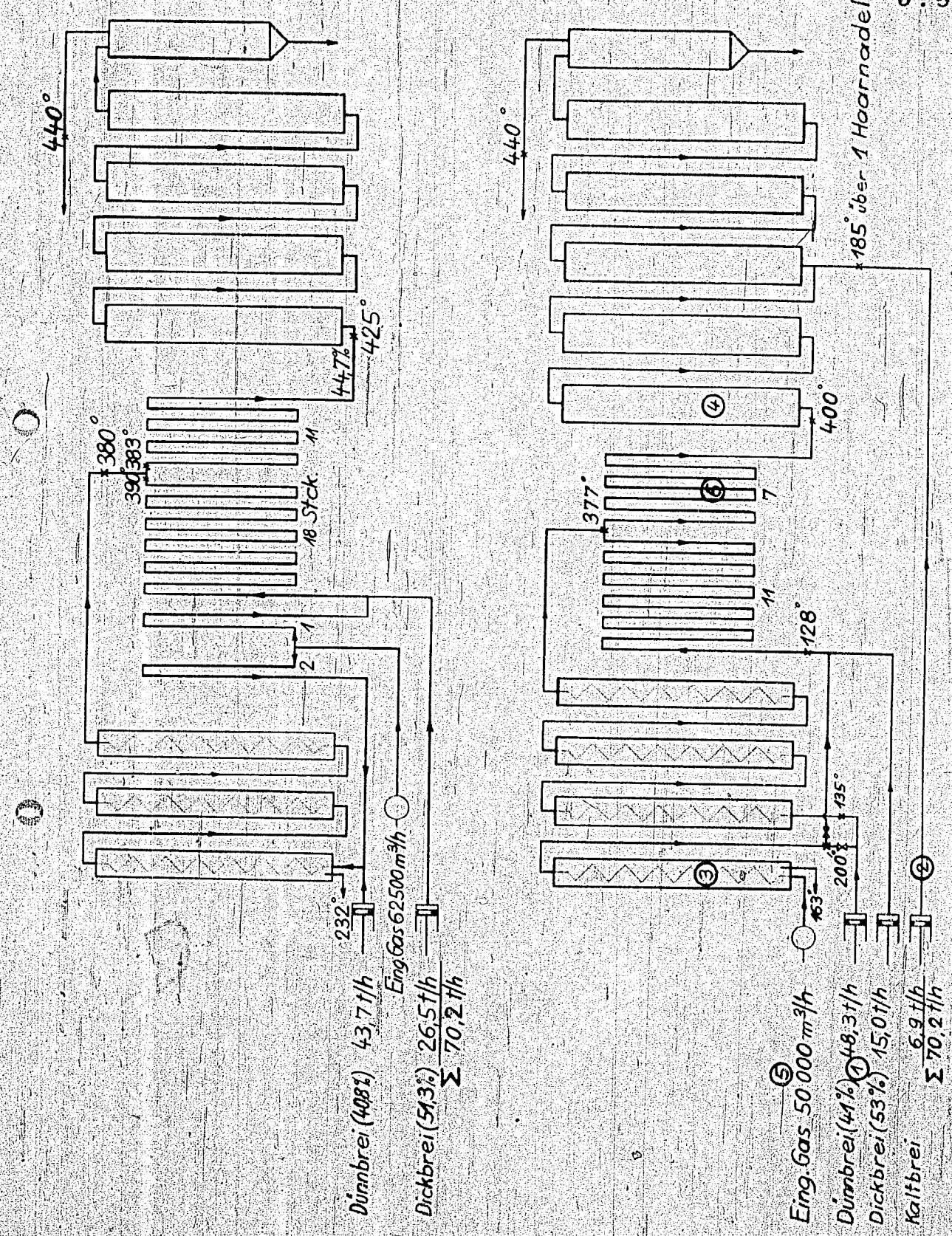
Eine Druckverminderung als Maßnahme zur Befreiung des Vorheizers bringt in chemischer Hinsicht Nachteile mit sich. Für eine Druckverminderung von 50 mm wird eine Anheizerhöhung von etwa 1 % geschätzt. Bessere Ausnutzung (Aufrechterhaltung des Abgasdruckes) würde größere Abgasverluste bedeuten. Die anfallenden Drücke betragen zur Zeit in der Vorheizung.

	Vorheizpumpe Druckverl.	Kammer Eingang
Gelsenberg	100 mm	570 mm
Polina	670 mm	520 mm
Weilbach	100 mm	560 mm

3. Materialtechnische

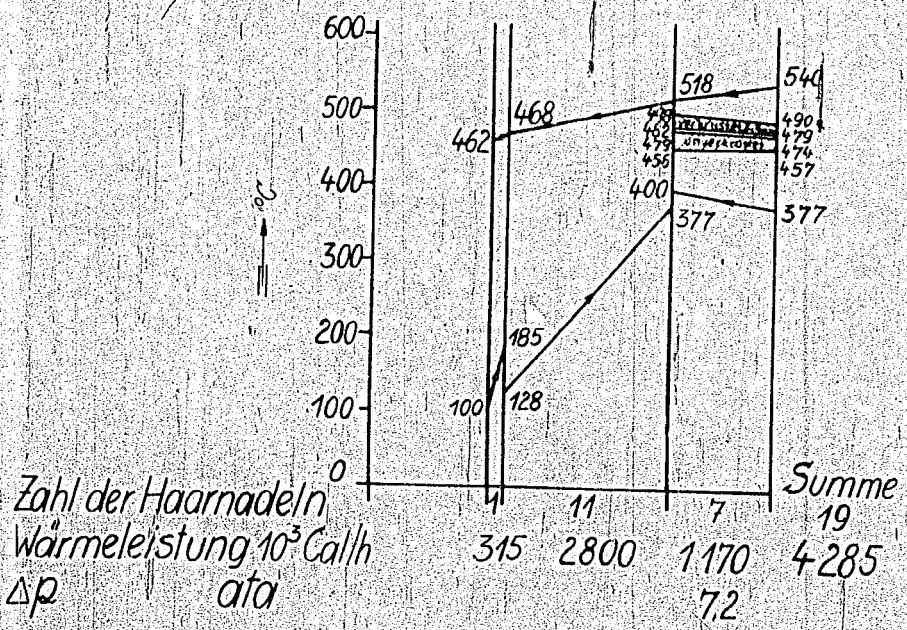
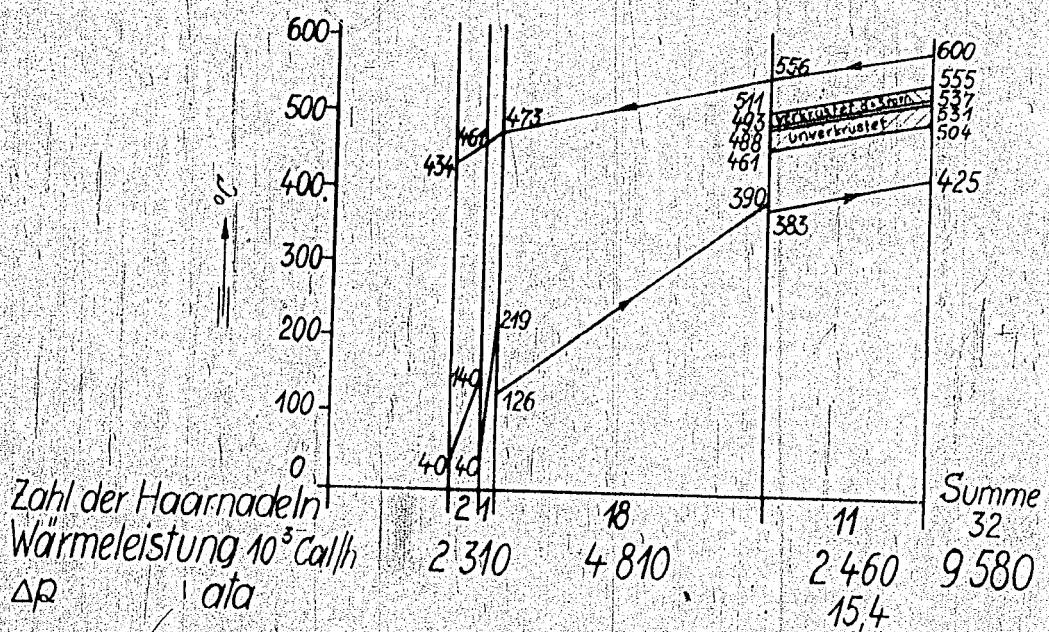
Zwei Schadensfälle im Hydrierwerk Gelsenberg an Acetylenrohr aus N 10 Werkstoff nach etwa 2-jährigem Betrieb geschehen sind. Neben Befürchtungen hinsichtlich der betrieblichen Sicherheit dieser Acetylenrohrwerkzeuge hervorgerufen.

Schadensfälle an N 10 Stählen sind in den vergangenen Jahren mehrfach aufgetreten. Sie konnten bisher immer in Zusammenhang gebracht werden mit Mängeln des Materials hinsichtlich der Zusammensetzung des Gefüges oder den durch das Gefüge bestimmten Festigkeitsdaten. Die genannten Fälle unter



Dünnbrei (40%) 43,7 t/h
 Dickbrei (51,3%) 26,5 t/h
 Σ 70,2 t/h
 Eing. Gas 62500 m³/h

Eing. Gas 50000 m³/h
 Dünnbrei (41%) 48,3 t/h
 Dickbrei (53%) 15,0 t/h
 Kaltbrei 6,9 t/h
 Σ 70,2 t/h



Verluste	Gehalte			Summe	Material
	Außere Schicht	Mittlere Schicht	Innere Schicht		
% Gesamt				33.8	0.01
" Sulfid S	11.2	31.0	22.8	33.8	
" Fe	75.8	60.2	18.1	37.4	
" F	0.01	0.001	0		0.00
" Mn	0.49	0.03	0.13	0.01	0.41
" V	0.97	0.01	0.01	0.01	0.71
" Ti	0.16	0.15	0.07	0.09	
" Cr	4.35	0.40	0.01	0.004	2.70
" Al	0.18	0.30	5.97	0.33	
" Ca	0.05	0.1	0.06	0.21	
" Mg				0.08	
" Na ₂ SO ₄ K ₂ SO ₄			4.6	0.54	
" Gesamt C	0.87	0.61	5.12	1.49	0.18
" SiO ₂	1.79	0.45	1.03	0.18	0.43
" CO ₂				0.30	

TITLE PAGE

20. Über die chemische Zusammensetzung der
Vorheizerverkrustungen.
The chemical composition of the crusts
formed in the pre-heaters.

Frame Nos. 576 - 578

H. J. Simon
22. März 1943 Rk/Pu
Kupfer
L. Müller

Über die chemische Zusammensetzung der Vorheizerverkrustungen.

(Referat auf der Erfahrungsaustauschbesprechung am 22. III. 1943
in Ludwigshafen)

20

An den Verkrustungen der Vorheizerrohre ließ sich eine deutliche Schichtenstruktur unterscheiden, wobei die verschiedenen Schichten aus verschiedenen Fahrperioden stammen mögen. Die Gelsenberg-Kruste wurde in 3 Schichten unterteilt, wobei mit äußerer Schicht die der Rohrwand direkt benachbarte gemeint ist.

Beschreibung des Befundes:

- 1) Äußere Schicht: 1 mm starke schwärzlich graue Masse vom spez. Gewicht 5,2 (Eisenkies bzw. FeS hexagonal spez. Gewicht 4,8), praktisch homogen
- 2) Mittlere Schicht: 3,5 mm starke graue, sehr harte Masse, die mit wohl ausgebildeten, messingfarbenen Kristallen durchsetzt war. Spez. Gewicht 4,8.
- 3) Innenschicht: 8 mm starke schwarze inhomogene Masse, weniger hart wie die anderen beiden Schichten. Gemisch von Koks mit kristallinen Bestandteilen. Spez. Gewicht 3,9 weist auf Gemisch mit Koksanteilen hin.

Die Metallwand erwies sich in $\frac{1}{2}$ - 1 mm Dicke als brüchig und macht einen stark korrodierten Eindruck.

Die chemische Analyse der Schichten der Gelsenbergkruste (siehe Tabelle) zeigt, daß der Hauptteil der Krusten Fe und S ist, welche Stoffe im Falle der mittleren und inneren Schicht etwa im Gewichtsverhältnis der Verbindung FeS auftreten.

Eine auffallende Erscheinung ist ein Gehalt der Krusten an W, Mo, V, Cr, welche Metalle aus dem Rohrmaterial stammen. Ihre Menge nimmt von außen nach innen ab.

Im Gegensatz dazu nehmen die aus der Kohle und den Katalysatoren stammenden Bestandteile Ti, Al, Ca und natürlich C von außen nach innen zu. Die Anwesenheit der Metalle W, Mo, V, Cr weist darauf hin, daß von der angegriffenen Metalloberfläche her vielleicht eine Diffusion in fester Phase stattgefunden hat.

Die Untersuchung der Kruste Pölitz neben FeS zeigt im Gegensatz dazu nur Spuren der genannten Metalle, sodaß hier etwas andere Verhältnisse vorzuliegen scheinen. Auch der Titangehalt ist bei Pölitz wesentlich kleiner als bei Gelsenberg. Herr Dr. Wissel weist darauf hin, daß bei einer Schichtunterteilung der Pölitzer Kruste die bei Gelsenberg gefundenen Verhältnisse bezüglich Auftreten der genannten Metalle nicht gefunden wurden.

Für die Klärung der Frage, ob das Eisen der Kruste aus dem Rohrmaterial, der Kohle oder den Katalysatoren stammt, scheidet infolge zu geringer Wandstärkenabnahme das Rohrwandmaterial von vornherein als wesentlich aus. Das Verhältnis von Fe zu Titan in der Kruste

und der einzelnen eisenhaltigen Substanzen könnte unter Umstünden einen Hinweis geben.

	Fe	Ti
Ruhrkohlenasche :	51	1
FeSO ₄ · 7 H ₂ O :	90	1
Bayermasse :	8,1	1

Bei Annahme von 4 % Asche in der Kohle und Zusatz von 1,2 % FeSO₄ · 7 H₂O und 1,5 % Bayermasse verhalten sich in der genannten Reihenfolge die eingebrachten Eisenmengen wie 0,61 : 0,23 : 0,42. Falls es sich um Absitzen und nachheriges Sulfidieren der Bayermasse handeln würde, müßte ein verhältnismäßig hoher Ti-Gehalt in der Kruste auftreten. Jedoch weist die innere Schicht der Gelsenbergkruste das Fe:Ti-Verhältnis von 50:1 auf. Nach der Meinung des Referierenden stammt deshalb das FeS der Kruste am wahrscheinlichsten aus dem Eisenschlack oder der Kohle, deren Fe:Ti-Verhältnis dem Fe:Ti-Verhältnis der Kruste sehr nahe kommen. Da bei 300 atm-Steinkohlehydrierung (Snox und Chlor) in Scholven solche Absetzungen nicht auftreten, andererseits weder in Leuna noch in Wesseling Absetzungen bei Raseneisenerz bzw. Bayermasse als Katalysator beobachtet wurden und außerdem beim Extraktionsversuch Lu mit FeSO₄ · 7 H₂O allein ähnliche Absetzungen auftraten, besteht die Möglichkeit, das FeSO₄ als Ursache anzusprechen.

Pöhlitz hat bereits bei Olaufschlammung des Katalysatormischens FeS-Bildung beobachtet.

gez. Rank

578

Verpackungs- Verfahren	Gelsenberg			Pelitz	Vergl. N 10 Material
	Äußere Schicht	Mittlere Schicht	Innere Schicht		
% Ges. Schwefel	-	-	-	33,8	0,011
" Sulfid S	11,2	31,0	22,8	33,8	-
" Fe	72,8	60,2	44,3	59,4	-
" W	0,01	0,001	0	0	0,40
" Mo	0,49	0,09	0,13	0,01	0,4
" V	0,97	0,01	0,01	0,01	0,71
" Ti	0,16	0,16	0,67	0,05	-
" Cr	4,30	0,40	0,11	0,004	2,70
" Al	0,19	0,30	0,27	0,33	-
" Ca	0,06	0,17	0,06	0,27	-
" Mg	-	-	-	0,08	-
" $\text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4$	-	-	4,6	0,54	-
" Gesamt C	0,87	0,61	5,12	3,49	0,18
" SiO_2	1,70	0,46	1,63	0,38	0,43
" CO_2	-	-	-	0,30	-

TITLE PAGE

21. Geschwindigkeiten in den Hochdrucköfen.
Velocities in the high pressure furnaces.

Frame Nos. 579 - 581

Hochdruckversuche
L1 558

H. Schappert
13. 7. 1942. Scha/Pf.

Geschwindigkeiten in den Hochdrucköfen.

579

In der beiliegenden Tabelle sind die für die Berechnung der Geschwindigkeiten in den Hochdruckumpfen wichtigsten Daten zusammengestellt. Für Wesseling fanden 3 Fahrweisen Berücksichtigung:

- a) projektierter Volldurchsatz bei Verwendung von Kaltgas als Kühlmittel.
- b) projektierter Volldurchsatz bei Verwendung von Kaltgas + Kaltöl als Kühlmittel.
- c) jetziger niedriger Durchsatz bei Verwendung von Kaltöl als Kühlmittel.

In dem beiliegenden Kurvenblatt sind die Geschwindigkeiten in m/Sek. eingetragen, wobei die verschiedenen Betriebsdrucke der einzelnen Anlagen besonders gekennzeichnet sind.

1. Tabelle.

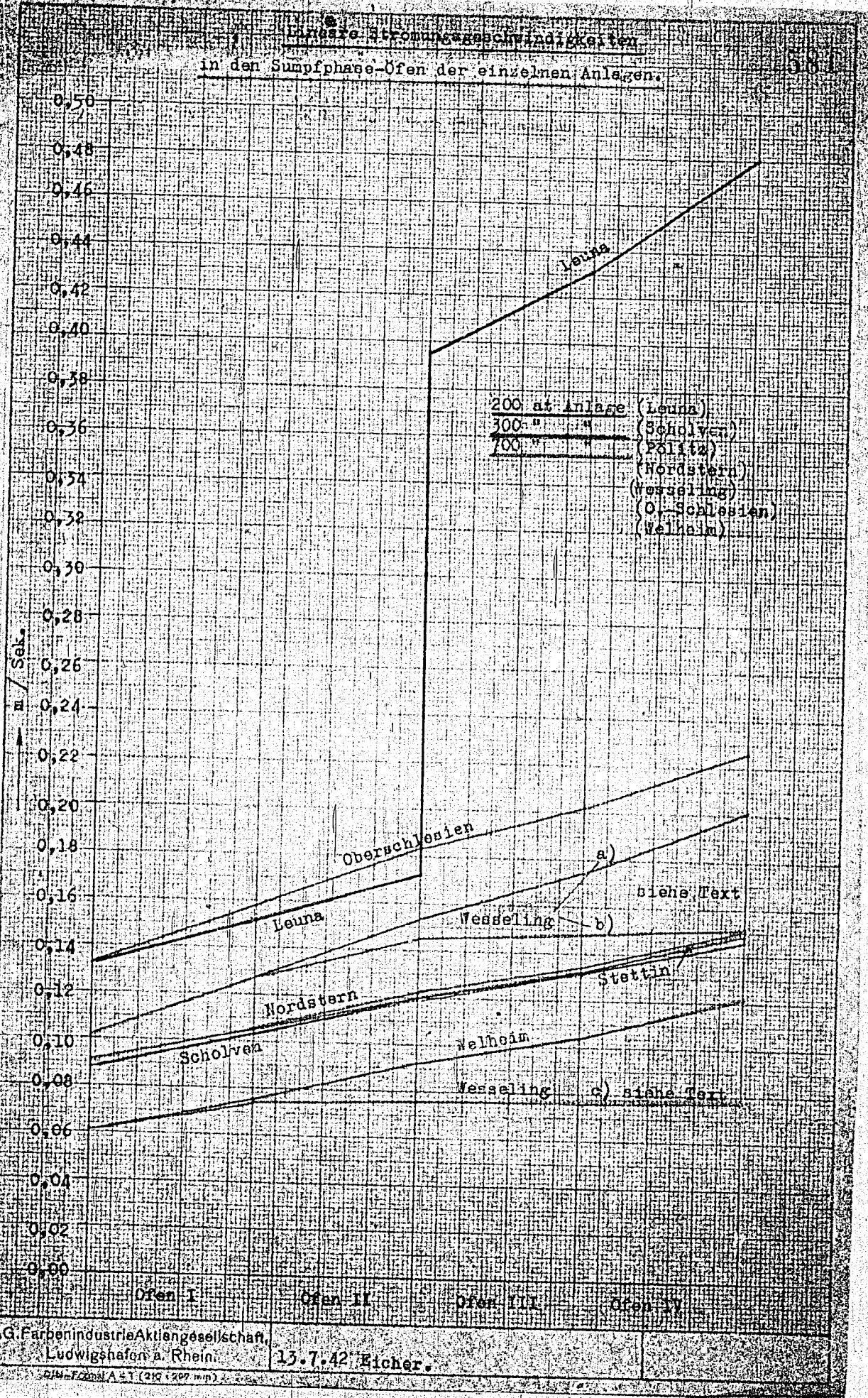
(21)

gez. Schappert

Werk		Leuna	Scholven	Nordstern	
Druck	at	200	300	700	
Zahl der Öfen		4	4	4	
Mantel ϕ der Öfen	mm	1200 800	1200	1000	
Strömungs	mm	1044 690	1044	860	
Querschnitt	m ²	0,86 0,375	0,86	0,58	
Durchsatz	t/h	28	24	35	
Eingangsgas	m ³ /h	28 000	28 000	35 000	
Kaltgas zu Ofen I	m ³ /h	4 500	4 500	7 000	12 000
" " " II	"	5 000	5 000	8 000	13 000
" " " III	"	3 700	3 700	5 000	10 000
" " " IV	"	5 000	5 000	8 000	13 000
Volumen					
Betriebszustand	m ³ /h				
Ofen I	"	406 / 466	283 / 325	189 / 219	213
" II	"	466 / 533	325 / 371	219 / 253	264
" III	"	533 / 583	371 / 405	253 / 279	320
" IV	"	589 / 649	405 / 451	279 / 314	363
Geschwindigkeit in den Öfen					
Ofen I	mm	0,132 / 0,151	0,091 / 0,105	0,091 / 0,105	0,102
" II	"	0,151 / 0,172	0,105 / 0,120	0,105 / 0,122	0,127
" III	"	0,395 / 0,431	0,120 / 0,131	0,122 / 0,134	0,153
" IV	"	0,431 / 0,480	0,131 / 0,146	0,134 / 0,151	0,170

x) Kühlöl.

Schölvén	Nordstern	Wesseling			Pfütz	Welheim	Oberschle- sien
500	700	700			700	700	700
4	4	4			4	4	4
1200	1000	1000			1000	1000	1000
	860	860			860	860	860
	0,58	0,58			0,58	0,58	0,58
24	35	45,2			42	36	68
28 000	35 000	38 000	30 000	32 000	20 000	49 000	
4 500	7 000	12 000	12 000	7 000	7 000	10 500	
5 000	8	13 000	8 000 + 2,5 x)	8 000	8 000	12 000	
3 700	()	10 000	4,8 x)	6 000	6 000	9 000	
5 000	8 000	13 000	6,7 x)	8 000	8 000	12 000	
			b)				
33 / 325	189 / 219	213 / 264	213 / 264	157	184 / 214	126 / 156	286 / 331
25 / 371	219 / 253	264 / 320	264 / 301	159	214 / 249	156 / 191	331 / 382
71 / 405	253 / 279	320 / 363	301 / 307	162	249 / 274	191 / 235	382 / 421
05 / 451	279 / 314	363 / 419	307 / 419	165	274 / 309	216 / 251	421 / 472
09 / 0,105	0,091/0,105	0,102/0,127	0,102/0,127	0,073	0,085/0,103	0,061/0,075	0,132/0,158
10 / 0,120	0,105/0,122	0,127/0,153	0,127/0,145	0,074	0,103/0,120	0,075/0,092	0,158/0,183
12 / 0,132	0,122/0,134	0,153/0,174	0,145/0,147	0,076	0,120/0,132	0,092/0,104	0,183/0,202
14 / 0,144	0,134/0,151	0,174/0,201	0,147/0,150	0,077	0,132/0,148	0,104/0,121	0,202/0,226



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein. 13.7.42 Eicher.

TITLE PAGE

22. Der Gaskreislauf bei 700 at Hydrierkammern,
besonders vom Standpunkt der Messtechnik.
The gas circulation in 700 at hydrogenation
chambers, particularly from a point of view
of measuring technique.

Frame Nos. 582 - 585

22

Der Gaszirkulauf bei 100 at in der Anlage
Kammer von Standard der Metallwerke

(Referat Dipl. Ing. S. S. auf der Erfahrungsaustausch-
Sitzung am 12. 12. 1941 in Leipzig, S. 10)

Die Kreislaufaufführung ist auf Bild I vereinfacht schemati-
siert dargestellt, jedoch unter Zuhilfenahme der tatsächlichen Ver-
hältnisse:

- Gaslaufpumpen,
- Kammern einschl. Abstrahler,
- Gläser.

Meist können in einem Gaszirkulauf mehrere Kammer parallel, so wie
auch die Gläser meist aus mehreren Aggregaten besteht. Da man nun
über eine bestimmte Dimension der Kreislaufleitung nicht hinaus-
geht, z. B. 120er Leitung bei den 100 at-Anlagen, so werden die
Kreislaufleitungen parallel verlegt, wobei die Ringverteilung bevor-
zugt wird. Die Gaslaufpumpen werden über den Ring kurz ge-
schlossen, wobei der Hauptdruck des Gaszuges herrscht. Abschließendes
Gas der Kammer aufzunehmen oder festendes abzugeben durch ent-
sprechendes Regulieren des Ventils. Im Prinzip gilt jedoch immer
dieses vereinfachte Schaltbild:

Die wichtigsten Drücke in diesem System werden immer laufend
beobachtet, meist registriert. Die absoluten Drücke P_1 und P_4 in-
teressieren zunächst als Über- und Niederdruck im ganzen System.

Die Druckdifferenz $P_1 - P_2 = P_4$ wird nach der Anlage
eines Differenzdruckschreibers gehalten. Dieser Differenzdruck,
dessen obere Begrenzung durch die Leistung der Gaslaufpumpen be-
geben ist, richtet sich nach der Kammer mit der größten Druckdif-
ferenz, schon um nicht unnötig elektrische Energie zu verbrauchen.
Es sei erwähnt, dass die Gaslaufpumpen für die 100 at-Anlage zunächst
für einen Differenzdruck von 100 at ausgelegt waren, letzter jedoch

für 70 at und es wird zu überlegen sein, ob auf Grund dieser Berechnung der Differenzdruck wieder auf etwa 70 oder 80 at erhöht werden soll.

Natürlich ist die Druckdifferenz jeder Kammer von Wichtigkeit, die im Grossen und Ganzen vom Durchsatz abhängt, wenn nicht Unregelmässigkeiten, wie z.B. Verstopfungen oder Verkrustungen höhere Druckdifferenzen hervorrufen. Diese Druckdifferenz kann nun entweder direkt als Differenzdruck oder durch Aufzeichnen der beiden absoluten Drücke Kammer Ein- und Ausgang auf ein Diagramm ermittelt werden.

Das Kammer-Einlassventil stellt einen variablen Widerstand dar und ist umso weniger gedrosselt, je höher die Druckdifferenz der Kammer liegt. Während daher der Druck P_2 in einem System mit mehreren Kammern entsprechend den verschiedenen Druckdifferenzen der Kammer selbst schwanken kann, ist der Druck P_3 am Ausgang jeder Kammer praktisch gleich, da die Ölfläche einen konstanten Widerstand darstellt und die Dalaufpumpen-Seite ebenfalls bei einem konstanten Druck arbeitet.

Es lassen sich daher rechnen, nämlich 2 Differenzdrücke bilden, die von gewissem Interesse sind:

- 1.) ΔP_1 ; neben den druckseitigen Kreislaufleitungen mit ihren Armaturen und Planchen muss der Hauptanteil dieses Widerstandes im Eingangsventil liegen. Es hat sich als Regel herausgebildet, dass dieser Differenzdruck des Eingangsventils etwa mindestens 10-15 at betragen soll, damit das Kaltgas mit genügendem Überdruck den Ofen auströmen kann. In einzelnen Fall kann jedoch dieser Differenzdruck auch unterschritten werden, wenn z.B. mehr Regeneratoren als gewöhnlich eingebaut sind oder auch der Vorheizofen selbst einen grossen Widerstand darstellt. Damit steht das Kaltgas beim Eintritt in den ersten Ofen unter einem Überdruck von rund 20-25 at. Fällt nun dieser Überdruck aus irgend-einem Grund schlagartig auf die Hälfte zusammen, so ist klar, dass die zuströmende Gasmenge ebenso plötzlich erheblich zurückgeht, bis durch entsprechendes Öffnen der Kaltgasventile die notwendige Kaltgasmenge wieder herge-

stellt sich die Sache durch, vermutlich, auch diese Druckdifferenz im Kapillarrohr jederzeit beobachtet zu können. So hat die Filiz seit einiger Zeit bereits gezeigt, an einer Stelle bei jeder Messung ein Differenzmanometer einzusetzen.

Die dritte, aus obigen Gründen irreführende, Angabe neben den capillaren Transmittierungen von allen die Filiz, die ebenso die im Temperatur- und Druckmanometer besteht, der verschiedenen Widerstand der einzelnen Messer wird durch das Diagramm zu jedem Messer auskomponiert und es ist klar, dass man mit dieser Art der Regelung nur bis zu einer gewissen Grenze gehen kann, da sonst die Steigerung dieser Druckdifferenz auf Kosten der notwendigen Kapillardrucke geht, der, wie oben gezeigt, für die Kaltgasversorgung bestimmend ist. Wenn es auch nicht gerade lebenswichtig ist, diese Druckdifferenz etwas zu registrieren, so dürfte es doch zweckmäßig sein, diesen Differenzdruck wenigstens aus den Absolutdrücken P_1 und P_2 laufend auszurechnen, um eine allmähliche sich einstellende Veränderung rechtzeitig erkennen zu können. So hat man daher auch in Filiz schon schon vor der Störung, als man durch stärkere Temperaturschwankungen in Kapillargeschickler Regulatorstellungen in den Strömen verhältnisse veränderte, die Druckdifferenz der gestauten Gascharge einschliesslich Gasfühler registrierend gemessen und fand, dass der Wert höher liegt als man theoretisch erwarten dürfte. Dieser erhöhte Widerstand beruhte zwar noch keine Betriebsunmöglichkeit, da man die Gasdruckdifferenz der Umlaufwegen nach bedeutend (bis 100 at) steigern konnte. Inwiefern deutete diese festgestellte Erhöhung der regulären Druckdifferenz auf vielleicht schon vorhandene, wenn auch noch geringe Störungen. Es dürfte daher vielleicht zu empfehlen sein, diese in Stuttgart nur vorübergehend ein- gebaute Messung zum mindesten überall dort vorzunehmen, wo mit Verstopfungen mit Gashydraten oder Ammoniacarbonat zu rechnen ist.

Die Druckdifferenz des Ventils ist
 die Druckdifferenz des Ventils
 die Druckdifferenz des Ventils
 die Druckdifferenz des Ventils
 die Druckdifferenz des Ventils

- die obere einfach-schraffierte Fläche bedeutet Druckdifferenz Normalzustand + Ventildruck,
- die mittlere doppelt-schraffierte Fläche bedeutet Druckdifferenz des Ventils,
- und die untere einfach-schraffierte Fläche Druckdifferenz Regenerations-Druck + Ventildruck.

- Es ergeben sich 3 wichtige Rückschlüsse hieraus
1. Der Ventildruck wird unterstützt durch die vor ihm liegende Druckdifferenz, da ja der Kolben durch den Ventildruck nach rechts gedrückt wird.
 2. Die Kammer mit dem geringsten Widerstand, also dem höchsten Ventildruck, liegt hinsichtlich des Ventildruckverhältnisses anfolgend diesem höchsten Ventildruck am weitesten von der Kammer mit größtem Widerstand.

Zusammenfassend lässt sich sagen:
 Die normale Auslastung des Ventils ist hinsichtlich der Druckverhältnisse, also

- Absolutdruck Umlaufgruppen Druck-Jaugruppe,
- Kreislauf-Druckdifferenz,
- Druckdifferenz jeder Kammer,

geschützt vollkommen, an den normalen Betriebsanforderungen gewachsen zu sein. Es jedoch auch dem in seltenen eingetretenen besonderen Fall, dass sich Kreislaufleitungen schlagartig verstopfen, begegnet zu können, werden mechanische registrierende Instrumente vorgeschlagen:

1. Druckdifferenzmessung des Ventils jeder Kammer,
2. Druckdifferenzmessung der gesamten Maschine,

- 3. evtl. Mischung von 1. und 2. in der Mischung
- 4. Die Mischungseigenschaften werden mit zwei auf verschiedenen Substraten bestehenden In-strumenten, z.B. einer 1. und einer 2. differenzieren.

gen. Substrat.

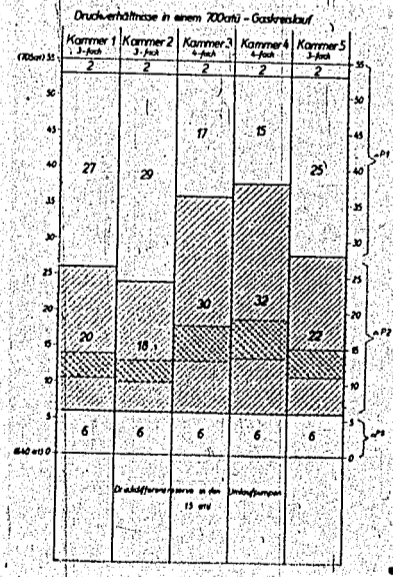
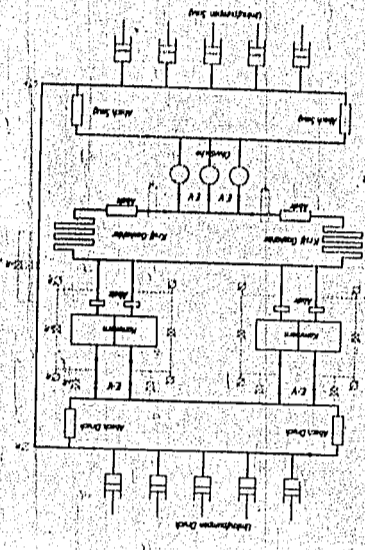


Abbildung II

TITLE PAGE

23. Was ist in der Literatur über Gashydrate
bekannt?
What is to be found in the literature
on gas hydrogenation products?

Frame Nos. 589 - 597

23 Was ist in der Literatur über Gashydrate bekannt.

Referat Dr. Nonnenmacher auf der Erfahrungsaustauschsitzung
am 4. 12. 1941 in Ludwigshafen a. Rh.

Man hat sich vor allem in Amerika in den letzten 10 Jahren sehr eingehend darum bemüht, ein klares Bild über die Eigenschaften der Gashydrate zu bekommen. Der Grund hierfür ist verständlich; denn das Auftreten von Gashydraten in Naturgas führenden, eingegrabenen Rohrleitungen führte zu erheblichen Störungen und Unterbrechungen. Ihre möglichst billige Verhütung war daher ein dringendes Gebot. Gashydrate sind schon lange bekannt. Die ersten Vertreter dieser Verbindungen entdeckte 1810 Humphry Davy beim Abkühlen von feuchtem Chlorgas auf 0°C ¹⁾. Es bildete sich eine kristallinische Substanz, das Chlorhydrat. In den Jahren von 1888 - 1890 fand Villard ²⁾ daß auch Kohlenwasserstoffe wie Methan, Äthan, Propan, Äthylen und Acetylen befähigt sind, Gashydrate zu bilden. Heute kennt man eine große Zahl von Gasen oder Dämpfen, die Hydrathildner sind. Von den gesättigten Kohlenwasserstoffen sind es noch Isobutan und wahrscheinlich auch n-Butan, nicht dagegen höhere Glieder. Auch CO_2 , H_2S und CH_3SH bilden Hydrate. Über die Eigenschaften dieser Verbindungen ist folgendes bekannt: Es sind weiße, kristallinische, brennbare Stoffe, die wie Eis ein größeres Volumen als Wasser besitzen. Werden sie Bedingungen ausgesetzt, bei denen sie nicht stabil sind, so entweicht das im Hydrat gebundene Gas und ruft ein knackendes Geräusch hervor. Der Dampfdruck der Hydrate ist geringer als der des Wassers bei gleicher Temperatur. Wird z.B.

1) B. Lit. (1)
2) B. Lit. (1)

flüssigen Propans bei $3,5^{\circ}\text{C}$ mit flüssigen H_2O im Gleichgewicht steht, (wobei Bedingungen vorliegen, bei denen das Gas die stabile Phase ist) zu Hydrat umgesetzt, so sinkt der Siedepunkt des Gases um 7°C .

Eine genauere experimentelle Untersuchung des Methan- und Athanhydrates wurde von den amerikanischen Forschern G.L. Roberts, J.R. Browncombe und L.S. Hore¹⁾ durchgeführt.

Von W.J. Ilcock, D.B. Carson und W.H. Lenz²⁾ wurde durch Vermittlung noch von Propylhydrat und n-Butylhydrat untersucht.

Das Reaktionsgefäß der zuerst genannten Forscher bestand aus einem starkwandigen, engen Glasrohr, das oben geschlossen, unten offen war. Es war mittlere einer Stopfbüchse auf einem Stahlblock montiert. Zur Einstellung einer bestimmten Temperatur war es mit einem Glasmantel umgeben, in dem eine kühlflüssigkeit bestimmter Temperatur angepaßt werden konnte. Die Apparatur war so eingerichtet, daß das Glasrohr von unten mittels Kapillaren evakuiert und mit Quecksilber gefüllt werden konnte. Die Füllung des Glasrohres mit Wasser und Methan bzw. Athan erfolgte ebenfalls mit Hilfe von Kapillaren. In das Glasrohr war von unten ein Draht durch eine Stopfbüchse eingeführt, der elektromagnetisch auf und ab bewegt werden konnte. Die Bildung von Gashydrat erfolgt nämlich nicht immer spontan, wenn die Möglichkeit der Bildung durch Einstellung des Druckes und der Temperatur gegeben ist. Die Bildung ist vielmehr mit erheblichen Hemmungen verbunden, die nur durch kräftiges Schütteln, Stossen oder Rühren aufgehoben werden können. Trotz des Rührers war es bei den Versuchen nötig, zunächst einmal bei gegebener Temperatur mit dem Druck durch Heben des Quecksilberspiegels erheblich über den Gleichgewichtszustand zwischen Gas und Wasser einerseits, Gas und Hydrat andererseits zu gehen, ehe sich spontan ein Kristallisationskeim bildete. Der Gleichgewichtspunkt wurde dann durch Einstellen verschiedener Drucke ermittelt. Je nachdem man mit dem Druck über oder unter dem Gleichgewichtsdruck war, fand eine Volumabnahme durch weitere Hydratbildung oder eine Volumzunahme durch Hydratersetzung statt.

1) S. Lit. (4) und (6)
2) S. Lit. (7)

In Abbildung 1 sind die Schmelzpunktkurven von Methan-, Ethan-, Propan- und n-Butanhydrat dargestellt. Der Druck ist im logarithmischen Maßstab eingezeichnet, da unendliche Drücke zu erhalten. Aus der Schmelzpunktkurve des Methanhydrats ergibt sich, daß es bei 0°C . bei Drücken oberhalb 2,0 at., bei 10°C . oberhalb 8 at. und bei 20°C . oberhalb ca. 250 at. existenzfähig ist. Die kritische Temperatur, oberhalb der bei noch so hohen Drücken keine Methanhydratbildung mehr möglich ist, beträgt $21,5^{\circ}\text{C}$. Die Schmelzpunktkurven des Ethan-, Propan- und n-Butanhydrats unterscheiden sich von der des Methanhydrates dadurch, daß sie von einer bestimmten Temperatur an außerordentlich steil verlaufen, d.h. oberhalb dieser Temperatur praktisch temperaturunabhängig sind. Beim Ethanhydrat liegt dieser Punkt bei $14,5^{\circ}\text{C}$. beim Propanhydrat bei $5,6^{\circ}\text{C}$. und beim n-Butanhydrat wahrscheinlich bei etwa 1°C . Oberhalb dieser Temperaturen sind die Hydrate unter den praktisch vorkommenden Drücken nicht mehr existenzfähig. Das Auftreten dieser Knickpunkte ist dadurch bedingt, daß beim Ethan-, Propan- und n-Butanhydrat im Gegensatz zum Methanhydrat der Sauerstoff schon unterhalb der kritischen Temperaturen der betreffenden Kohlenwasserstoffe auftritt. Die Knickpunkte stellen Quadrupelpunkte dar, in denen der betreffende Kohlenwasserstoff in gasförmigen und flüssigen Zustand, sein Hydrat und flüssiges Wasser im Gleichgewicht untereinander stehen. Auf der Schmelzpunktkurve unterhalb des Quadrupelpunktes stehen Gas + Wasser einerseits, Gas + Hydrat andererseits im Gleichgewicht, auf der Schmelzpunktkurve oberhalb des Quadrupelpunktes dagegen flüssiger Kohlenwasserstoff + Wasser einerseits, flüssiger Kohlenwasserstoff + Hydrat andererseits.

In Abbildung 2 ist das gesamte Druck-Temperatur-Diagramm der Methanhydratbildung aus Methan und Wasser dargestellt. Danach kann Hydratbildung erst auftreten, wenn der Kondensationspunkt des Methan-Wasserdampfes überschritten wird. In Anwesenheit der flüssigen H_2O -Phase findet z.B. bei 1°C und 40 at. Hydratbildung statt. Wird nun die Entwässerung soweit durchgeführt, daß das Wasser nur noch in der

592

Gasphase vorhanden ist, so bedeutet dies: Die Gleichgewichtskurve zwischen Methan und Wasser (einspr. eine Seite und Methan und flüssigem Wasser andererseits) verläuft oberhalb des gewählten Punktes des Phasendiagramms, und das Hydrat ist in dem Gebiet, das von dieser Gleichgewichtskurve und der (ursprünglichen) Schmelzkurve des Methanhydrates gebildet wird, nicht mehr existenzfähig.

Die genauere Auswertung der Phasendiagramme der Hydrate ergibt, daß diese Verbindungen die Formel $\text{CH}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ haben. Auf einen cbm Kohlenwasserstoff entfallen mithin fast 5 kg H_2O . Erst bei mehr als 5 kg $\text{H}_2\text{O}/\text{cbm KW}$ tritt neben dem Hydrat H_2O in flüssiger Phase auf. Eine Beseitigung von Verstopfungen in Rohrleitungen durch Hydratbildung kann mithin durch Wassereinspritzung erst bei Anwendung großer Mengen erreicht werden. Über die Hydrate von Kohlenwasserstoffgemischen liegen bis jetzt erst wenige systematische Untersuchungen vor. In Abbildung 3 sind von zwei Naturgasen die Kurven, längs denen Hydratbildung einsetzt, nach einer Untersuchung von Wilcox, Carson und Katz dargestellt. Demnach findet bei einem Gas, das neben 86,4 % Methan, 5,27 % Äthan, 3,5 % Propan und 2,15 % Butan enthält, Hydratbildung noch bei 25°C , d.h. $3,5^\circ$ oberhalb der kritischen Temperatur des Methanhydrates, statt. Offensichtlich besitzen Kohlenwasserstoffgemische mit einem hohen Prozentgehalt an Methan einen Quadrupelpunkt der Hydratbildung, der oberhalb des kritischen Punktes des Methanhydrates liegt. Jedoch läßt sich durch Extrapolation der vorhandenen Versuchsergebnisse schließen, daß picher oberhalb 35°C Hydrate irgendwelcher Kohlenwasserstoffgemische bei den praktisch vorkommenden Drücken nicht mehr existenzfähig sind.

Nach dem Gesagten ist es klar, daß für die Praxis vor allem die folgenden drei Möglichkeiten, Hydratbildungen zu vermeiden, in Frage kommen: Druckerniedrigung, Heizung der Rohrleitungen oder Entwässerung des Gases.

Die Entwässerung der Gase kann in der Weise durchgeführt werden, daß in die betreffende Rohrleitung eine wasserentziehende Flüssigkeit, z.B. Alkohol oder eine CaCl_2 -Lösung, einge-

spritzt wird. Nach einer Angabe von Hammerschmidt¹⁾ konnte im Falle einer Notungas führenden Leitung noch bei 40 atm und 1,7 - 3 °C Hydratbildung durch Zugabe einer 18 % CaCl_2 -Lösung verhindert werden. Der in Amerika am meisten begangene Weg ist jedoch der die Trocknung der Gase in besonderen Anlagen durch Kühlen und Komprimieren oder durch Trocknemittel oder durch eine Kombination beider Methoden durchzuführen. In Abbildung 4 sind die charakteristischen Daten eines Trocknungsprozesses mit CaCl_2 -Lösung angegeben. Soll z. B. der Taupunkt eines Gases von 7,1 °C auf -3,9 °C gesenkt werden, so ist die Anwendung einer 35 %igen Lösung nötig. Die Schwierigkeiten des Verfahrens beruhen in dem Auftreten von Korrosionen. Um sie zu vermeiden, muß darauf geachtet werden, daß keine unedlen Metalle mit der Lösung in Berührung kommen und kein Sauerstoff Zutreten kann. Auch arbeitet man zweckmäßig mit schwach alkalischer Lösung. Außer CaCl_2 -Lösung werden großtechnisch 96 %iges Diäthylenglykol, 85 %iges Glycerin, ferner LiCl - und ZnCl_2 -Lösungen verwendet. Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Taupunktniedrigung bei Arbeitstemperaturen von 32 °C und 4,4 °C.

Tabelle

Lösung	Taupunktniedrigung bei	
	32 °C	4,4 °C
LiCl	37	22
ZnCl_2	31	22
Diäthylenglykol (96 %)	28	25
Glycerin (85 %)	18	17
Calciumchlorid	17	15

Neuerdings wird in Amerika in einigen Anlagen auch schon Gebrauch gemacht von festen Adsorbentien wie CaCl_2 , Silikagel, Natriumhydroxyd und Aluminiumoxyd. Man erreicht auf diese Weise eine praktisch vollständige Entfeuchtung des Wasserdampfes.

gez. Rommermacher

1) S. Lit. (2) und (3).

spritzt wird. Nach einer Angabe von Hammerschmidt¹⁾ könnte im Falle einer Naturgas führenden Leitung noch bei 40 atm und $1,7 - 3,3^{\circ}\text{C}$ Hydratbildung durch Zugabe einer 18 % CaCl_2 -Lösung verhindert werden. Der in Amerika am meisten begangene Weg ist jedoch der, die Trocknung der Gase in besonderen Anlagen durch Kühlen und Komprimieren oder durch Trockenmittel oder durch eine Kombination beider Methoden durchzuführen. In Abbildung 4 sind die charakteristischen Daten eines Trocknungsprozesses mit CaCl_2 -Lösung angegeben. Soll z. B. der Taupunkt eines Gases von $7,1^{\circ}\text{C}$ auf $-3,9^{\circ}\text{C}$ gesenkt werden, so ist die Anwendung einer 35 %igen Lösung nötig. Die Schwierigkeiten des Verfahrens bestehen in dem Auftreten von Korrosionen. Um sie zu vermeiden, muß darauf geachtet werden, daß keine unedlen Metalle mit der Lösung in Berührung kommen und kein Sauerstoff zutreten kann. Auch arbeitet man zweckmäßig mit schwach alkalischer Lösung. Außer CaCl_2 -Lösung werden großtechnisch 96 %iges Diäthylenglykol, 85 %iges Glycerin, ferner LiCl - und ZnCl_2 -Lösungen verwendet. Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Taupunktniedrigung bei Arbeitstemperaturen von 32°C und $4,4^{\circ}\text{C}$.

Tabelle.

Lösung	Taupunktniedrigung bei	
	32°C	$4,4^{\circ}\text{C}$
LiCl	37	22
ZnCl_2	31	22
Diäthylenglykol (96 %)	28	25
Glycerin (85 %)	18	17
Calciumchlorid	17	13

Neuerdings wird in Amerika in einigen Anlagen auch schon Gebrauch gemacht von festen Adsorbentien wie CaCl_2 , Silikagel, Natriumhydroxyd und Aluminiumoxyd. Man erreicht auf diese Weise eine praktisch vollständige Entfernung des Wasserdampfes.

gez. Normanmacher

1) S. Lit. (2) und (3).

Literaturverzeichnis.

- 1) Schreiber "Geschichte der Gashydrate."
Gaschemisches techn. Vorträge 29, 1927, S. 1-93.
(dasselbst auch ausführliche Angabe der Literatur
zur bis 1927).
- 2) E.G. Hammerschmidt
"Gashydrate."
Amer. Gas Ann. Monthly 18, 1936, S. 273.
- 3) E.G. Hammerschmidt
Nat. Petr. News, Mai 1940, S. 162.
- 4) O.L. Roberts, E.R. Browncombe and J.S. Horn,
"Methan- und Ethanhydrate."
Oil and Gas Journ. Dezember 1940, S. 37.
- 5) Ab. E. 2 225 95, Dezember 1940.
- 6) O.L. Roberts und Mitarbeiter
Petr. Eng. Vol. 12, Nr. 6, März 1941, S. 56.
- 7) W.J. Wilcox, D.B. Carson and E.L. Katz,
"Natural Gashydrates."
Ind. Eng. Chem. Vol. 33, Nr. 5, Mai 1941, S. 662.

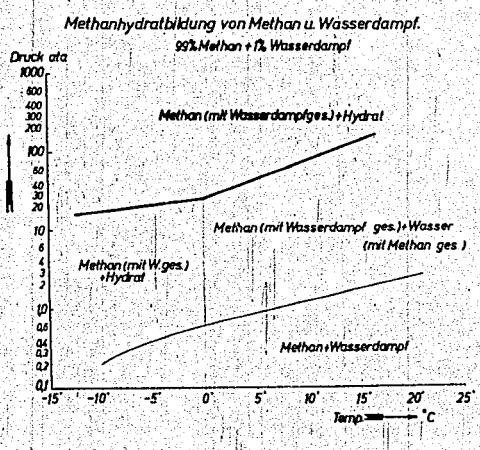
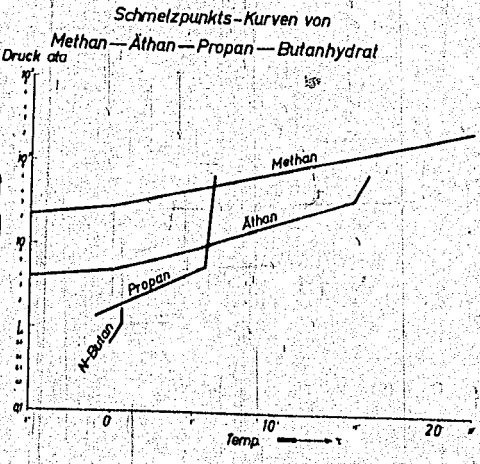
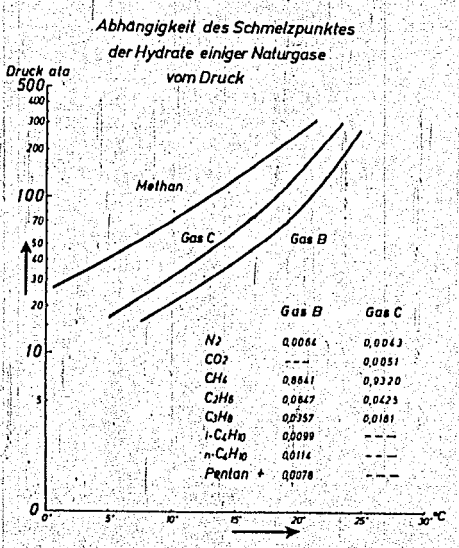
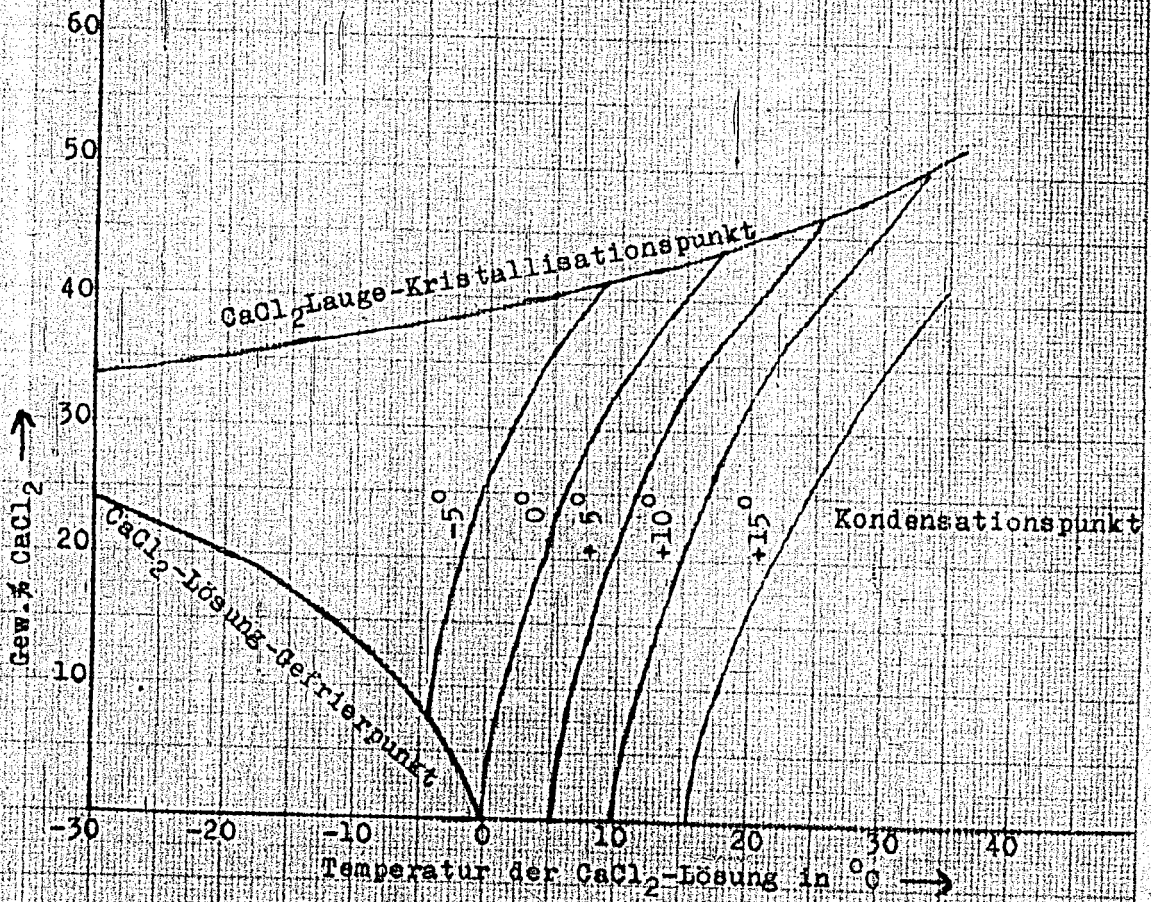


Abb. 2



Abhängigkeit der Trocknung von der Konzentration
der CaCl_2 -Lösung



TITLE PAGE

24. Erfahrungsaustausch: Gas-hydrate.
Exchange of experience: Gas hydrogenation
products.

Frame Nos. 596 - 611

3. a. h. d. r. a. t.

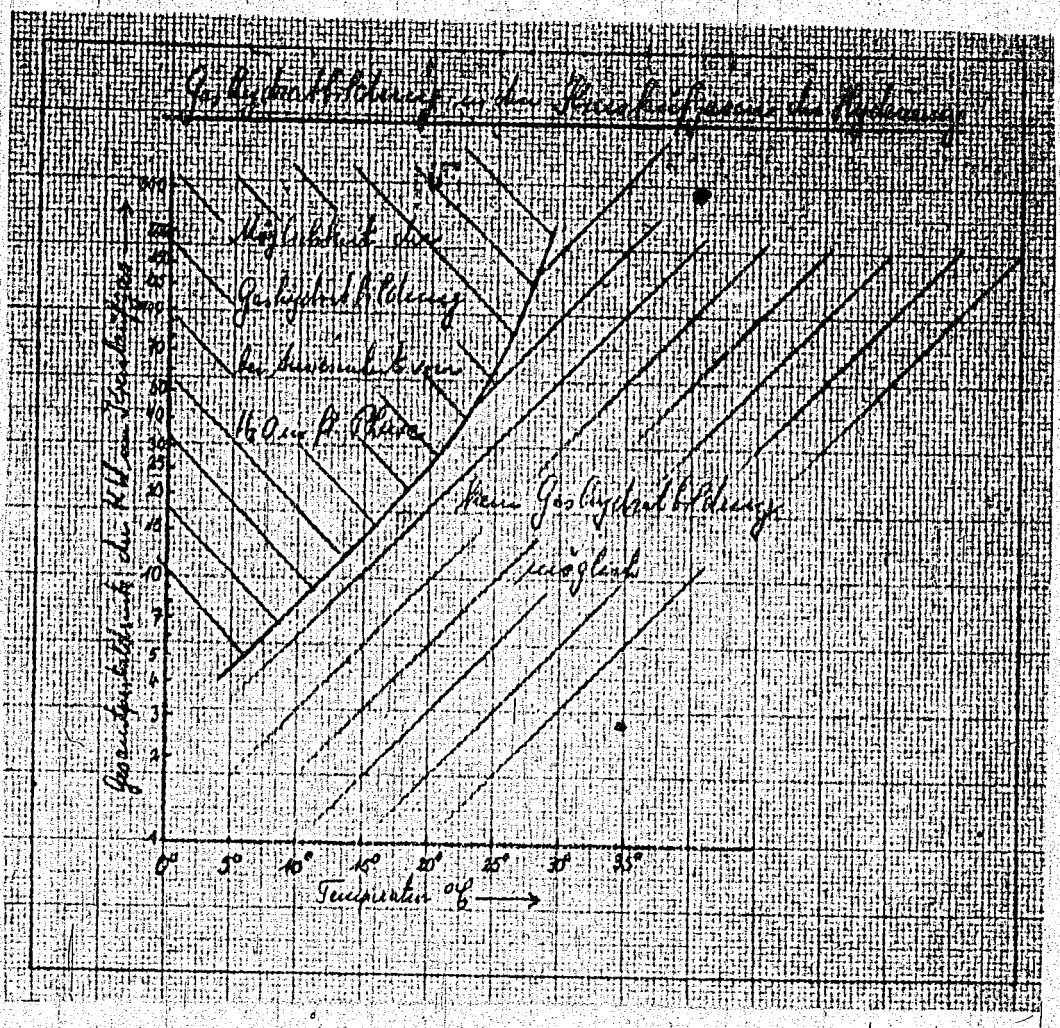
Zusammenfassung:

Es wurden auf Grund von Literaturangaben und eigenen Versuchen
verschiedene Reaktionen untersucht, die sich aus dem Gleichgewicht
zwischen Kohlendioxid, Wasser und Kohlenwasserstoffen ableiten
lassen. In der ersten Reihe wird die Bildung von Kohlenwasserstoffen
aus Kohlendioxid und Wasser bei verschiedenen Temperaturen
untersucht. In der zweiten Reihe wird die Bildung von Kohlenwasserstoffen
aus Kohlendioxid und Wasser bei verschiedenen Temperaturen
untersucht. In der dritten Reihe wird die Bildung von Kohlenwasserstoffen
aus Kohlendioxid und Wasser bei verschiedenen Temperaturen
untersucht. In der vierten Reihe wird die Bildung von Kohlenwasserstoffen
aus Kohlendioxid und Wasser bei verschiedenen Temperaturen
untersucht. In der fünften Reihe wird die Bildung von Kohlenwasserstoffen
aus Kohlendioxid und Wasser bei verschiedenen Temperaturen
untersucht.

In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse der Berechnungen
für die verschiedenen Reaktionen angegeben. Die Werte sind in
Prozent angegeben. Die Werte sind in Prozent angegeben. Die Werte
sind in Prozent angegeben. Die Werte sind in Prozent angegeben.

Die beiden Reaktionen sind durch die Größe der Reaktions-
enthalpie voneinander getrennt. Die Reaktionsenthalpie ist
immer positiv. Die Reaktionsenthalpie ist immer positiv. Die
Reaktionsenthalpie ist immer positiv. Die Reaktionsenthalpie ist
immer positiv. Die Reaktionsenthalpie ist immer positiv. Die
Reaktionsenthalpie ist immer positiv. Die Reaktionsenthalpie ist
immer positiv.

1) Dabei ist zu beachten, dass nicht mehr als 10% + 1/2 in
Kohlendioxid vorhanden sind.



Bei der 6000-Atm. - Bildung der Kalkaltpresse...
 Zeitlich mit der Kohlenwasserstoffe vor der...
 welche das Kalkaltpresse bis zu etwa 20...
 Temperatur der beginnenden...
 und...
 der...
 so...
 nur...
 werden...
 sowohl...
 ...

Berechnung der ...

...

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

Bei ...

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

...

...

...

...

Es existiert eine...
Kategorie...
die...
...

...

...

...

...

...

...

...

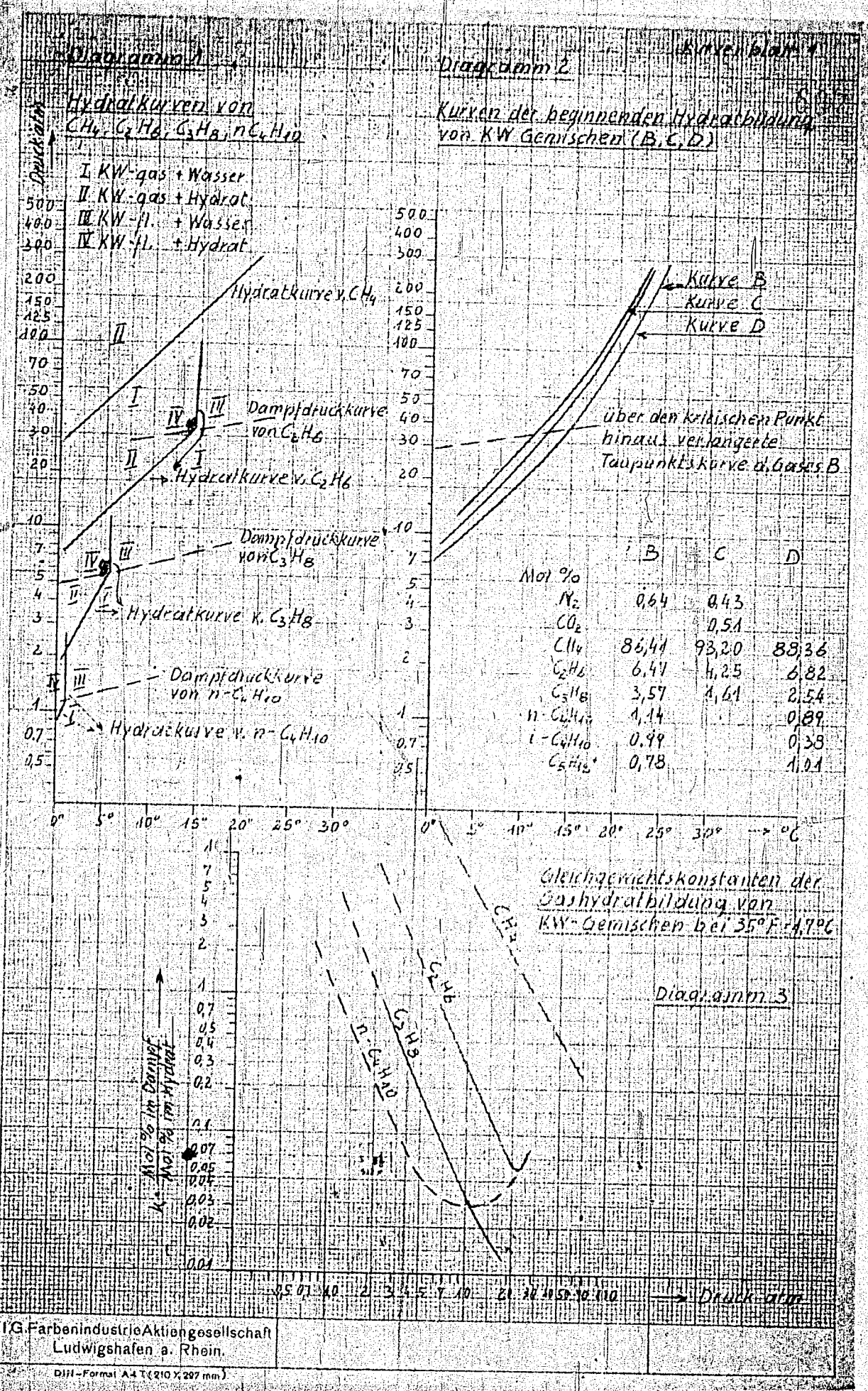
...

...

...

...

...



Druck in bar

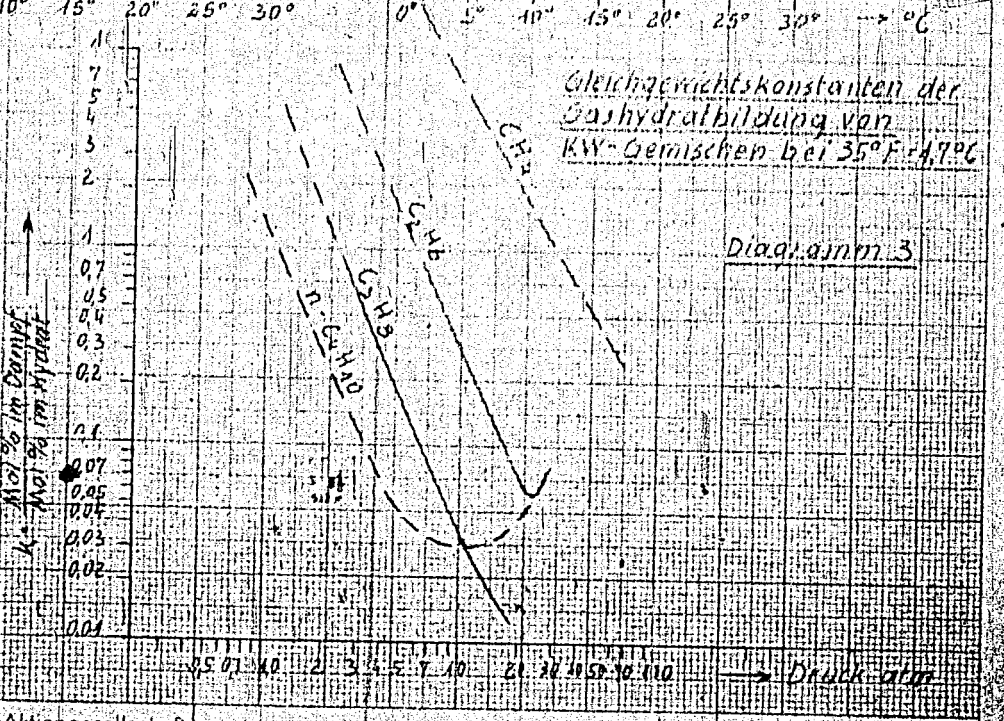
I KW-gas + Wasser
 II KW-gas + Hydrat
 III KW-fl. + Wasser
 IV KW-fl. + Hydrat

Hydratkurve v. CH_4
 Dampfdruckkurve von C_2H_6
 Hydratkurve v. C_2H_6
 Dampfdruckkurve von C_3H_8
 Hydratkurve v. C_3H_8
 Dampfdruckkurve von $n-C_4H_{10}$
 Hydratkurve v. $n-C_4H_{10}$

Kurve B
 Kurve C
 Kurve D

über den kritischen Punkt hinaus verlängerte Taupunktskurve d. Gases B

Mol %	B	C	D
N_2	0,64	0,43	
CO_2		0,51	
CH_4	86,44	93,20	88,36
C_2H_6	6,47	4,25	6,82
C_3H_8	3,57	4,61	2,54
$n-C_4H_{10}$	1,14		0,89
$i-C_4H_{10}$	0,99		0,38
C_5H_{12}	0,78		1,01



**Gashydratbildung im 100 atm
Summphase-Gaskreislauf**

Beispiel: Weiheim (Dez. 44, Dez. 37)

Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe

B Mol %	C_1H_4	51,2	C_2H_6	22,9
B Mol %	C_3H_8	13,2	C_4H_{10}	4,6
n	C_5H_{12}	0,9	$i-C_6H_{14}$	0,9
	C_6H_{14}	1,2	C_7H_{16}	0,4

Partialdruck der KW (Gas B)

Beobachtung von Gashydraten bei Gas B

Gashydratkurve A
Gashydratkurve B

über den kritischen Punkt hinaus
verlängerte Taupunktkurve des Gases B
Taupunktkurve des Gases A

Keine Beobachtung von Gashydraten
oberhalb 13°C

Zusammensetzung des Gashydrates von A
an dieser Stelle

Mol %	C_1H_4	1,5
	C_2H_6	7,5
	C_3H_8	3,4
	$n-C_4H_{10}$	5,7

Temperatur °C

**Gashydratbildung im 300 atm
Summphase-Gaskreislauf**

Beispiel: Scholven (März 19, 527)

Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe Mol % (Gas A)
(vor Kühlung)

B Mol %	C_1H_4	51,2
	C_2H_6	14,4
	C_3H_8	7,2
n	C_4H_{10}	1,5
i	C_5H_{12}	0,3
	C_6H_{14}	0,4

Partialdruck der KW ca 5 atm

Keine Beobachtung von Gashydraten
oberhalb 35°C

Kurve der beginnenden Gashydratbildung

Temperatur °C

Gashydratbildung im 100atm Sumpphase-Kreislauf

Beispiel: Pöllitz (24.11.48, Ka 13, 15)
Kreislaufsaugseite

Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe Mol-% CH_4 : 84,5
 C_2H_6 : 12,3
 C_3H_8 : 4,9
 $n-C_4H_{10}$: 1,7
 $i-C_4H_{10}$: 0,3
 C_5H_{12} : 1,4

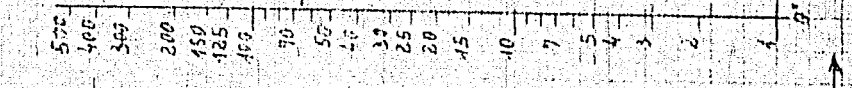
Partialdruck der KW: 9,5 atm

Möglichkeit der Gashydratbildung

Kurve der beginnenden Gashydratbildung
 9,5 atm KW Partialdruck entsprechend 125 atm Gesamtdruck

Gashydratbildung nicht möglich
 Keine Beobachtung von Gashydraten oberhalb 30°C

Zusammensetzung des Gashydrates an dieser Stelle
 Mol-%: CH_4 : 5
 C_2H_6 : 40
 C_3H_8 : 42
 $n-C_4H_{10}$: 45



Kurvenblätter

Beispiel: Wesseling (Hilmer, 1941)
Kreislaufsaugseite

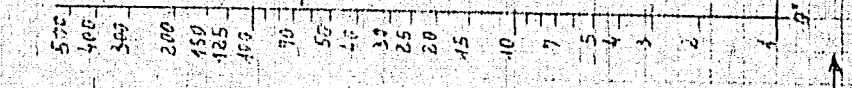
Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe Mol-%: CH_4 : 81,2
 C_2H_6 : 14,1
 C_3H_8 : 4,9
 $n-C_4H_{10}$: 1,5
 $i-C_4H_{10}$: 0,3
 C_5H_{12} : 1,5

Partialdruck der KW: 6,5 atm

Kurve der beginnenden Gashydratbildung
 Beobachtung von Gashydraten (!)

Keine Beobachtung von Gashydraten oberhalb 35°C

Zusammensetzung des Gashydrates an dieser Stelle
 Mol-%: CH_4 : 5
 C_2H_6 : 42
 C_3H_8 : 44
 $n-C_4H_{10}$: 39



Anlage 3 (zur

Angenäherte Werte der Gleichgewichtskonstanten $k = \frac{\text{Mol \% im Gas}}{\text{Mol \% in der Flüssigkeit}}$

Temperatur °C	0°						10°					
	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄ H ₁₀	iC ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄	iC ₄	C ₅ H ₁₂
Druck atm												
3,5	30	5,2	1,4	0,34	0,48	0,12	36	6,0	1,8	0,48	0,68	0,18
7	15	2,6	0,7	0,17	0,24	0,06	17,5	3,0	0,90	0,24	0,34	0,09
14	7,5	1,42	0,41	0,11	0,16	0,037	8,5	1,7	0,51	0,16	0,226	0,05
21	5,5	1,08	0,32	0,085	0,12	0,032	6,2	1,24	0,41	0,126	0,178	0,04
28	4,3	0,90	0,28	0,071	0,10	0,025	5,1	1,05	0,37	0,105	0,148	0,039
35	3,9	0,80	0,25	0,065	0,092	0,022	4,5	0,90	0,32	0,095	0,134	0,035
42							3,75	0,75	0,30	0,090	0,126	0,053
49							3,2	0,64	0,28	0,085	0,120	0,035
56							2,8					
Temp. °C	- 12,2°											
KW	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄ H ₁₀	iC ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂						
Druck atm												
14	7	1,3	0,34	0,086	0,12	0,030						
21	5	1,0	0,26	0,07	0,10	0,024						

Anlage 3 (zur Berechnung von Taupunktskurven)

Mol-% im Gas
 Mol-% in der Flüssigkeit von Methan, Ethan, Propan, n-Butan, iso-Butan und Pentan in Abhängigkeit vom Gesamtdruck.

	10°						15,6°						21,1°			
	C ₃ H ₈	nC ₄	iC ₄	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	n C ₄	i C ₄	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄	iC ₄	C ₅ H ₁₂
0	0,48	0,68	0,180	42						50						
0,1	0,24	0,34	0,090	20	3,1	1,0	0,30	0,45	0,011	21,5	4,0	1,17	0,35	0,54	0,135	
0,2	0,16	0,226	0,055	9,5	1,83	0,60	0,185	0,28	0,067	12,2	2,0	0,67	0,2	0,32	0,084	
0,3		0,178	0,045	7,0	1,36	0,47	0,149	0,22	0,052	8,1	1,45	0,51	0,17	0,26	0,069	
0,4		0,148	0,039	5,5	1,14	0,40	0,129	0,19	0,046	6,1	1,2	0,44	0,15	0,23	0,058	
0,5		0,134	0,035	4,8	0,97	0,36	0,117	0,17	0,041	5,0	1,0	0,40	0,13	0,20	0,050	
0,50	0,090	0,126	0,053							4,0		0,383	0,12			
0,28	0,085	0,120	0,035							3,4		0,375	0,116			
										2,9		0,382	0,115			

TITLE PAGE

25. Hoohdruckversuche.
High pressure experiments.
Frame Nos. 612 - 613

Angabe Gasmenge

612

*Wissel
Wissel
Gang Rg.
Wissel*

25

An
Hydrierwerke Pölitz
Aktiengesellschaft,
Pölitz (Pommern).

HOCHDRUCKVERSUCHEN
P/La 558

13. Nov. 1940
WJ/Pf.

Erfahrungsaustausch.

Wir übersenden Ihnen in Anlage eine Tabelle über das in den verschiedenen Hydrieranlagen angewandte Verhältnis von Gas zu bei der Vorhydrierung über 5058. Für Pölitz haben wir dabei die Werte eingesetzt, die Ihr Herr Dr. Schmitt uns am 31.10.1940 auf unsere telefonische Anfrage mitteilte, die wir bei unserem Besuch am 25.9.1940 erfuhren und die Ihr Herr Dr. Wissel am 7.10.1940 nannte.

Wir nennen an, daß die Zahlen für Sie von Interesse sind und wären Ihnen dankbar, wenn Sie uns gelegentlich Werte aus neueren Betriebszeiten zur Verfügung stellen könnten.

Heil Hitler !

I.G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Herr Dr. Wissel *ang. i. V. Wissel*

Anlage: 1 Tabelle.

68666

Tabella

Verhältnis von Gas : Öl bei der Vorhydrierung über 5058.

	Einspritzprodukt	Einspritzmenge	Eingangsgas m ³	Kultgas m ³	Verhältnis Einspritzgas: Kultgas	Verhältnis Gas : Öl 1000 m ³ : 1
Isuna	Mittelöl aus Kohleabstreifen, aus Teer und I.G. 1		2000 m ³ Gas pro m ³ Ein- spritzung	1000 m ³ Gas pro m ³ Ein- spritzung	2 : 1	3,5 : 1
Schölvén	Mittelöl aus Steinkohle- verflüssigung	9	30 000	19 000	1,6 : 1	5,4 : 1
Geisenberg	"	12	30 000	27 000	1,1 : 1	4,8 : 1
	"	14,5	30 000	32 000	0,9 : 1	4,3 : 1
Politz	Erdölammaldestillat	20 ¹⁾	20 000	3-4 000	6,7(5) : 1	1,2 : 1
	Steinkohleteer mittelöl	17 ¹⁾	35 000	10-15000	3,5(2,3) : 1	3 : 1
	"	12-13 ²⁾	40 000	5-10000	8(4) : 1	3,8 : 1
	"	20 ³⁾	35 000	35 000	1 : 1	3,5 : 1
Billingham	Mittelöl aus Steinkohle- und Schwerölverflüssigung + Kresotöl	13,4	26 000	28 000	1,3 : 1	4,8 : 1

1) Telefonische Mitteilung am 31.10.1940

2) Mitteilung bei unserem Besuch am 26-9.1940

3) Mitteilung am 7.10.1940

TITLE PAGE

26. Wasserstoffpartialdruck im 7019-
Gaskreislauf.
Hydrogen partial pressure in the 7019
gas circulation.

Frame Nos. 614 - 623

Wasserstoffpartialdruck im 7019 - Gaskreislauf.

26

Nach den bisherigen Versuchen ist beim Aromatisieren von Steinkohlenverflüssigungsmittelöl ein H_2 -Mindestpartialdruck von 250 atm am Abstreiferausgang aufrecht zu erhalten, um ein Absinken der Kontakt-Aktivität zu verhindern. Der H_2 -Partialdruck hängt ab vom Gesamtgasdruck, von der Höhe und Zusammensetzung der Vergasung, von der Löslichkeit im Abstreifer und von den Undichtigkeiten des Systems; er läßt sich durch partielle Kreislaufgasentspannung, durch Ölwäsche des Kreislaufgases oder durch Zusammenlegung mit 6434-Kreislauf erhöhen; je H_2 -reicher das Washöl ist, umso kleiner ist hierbei die erforderliche Ölmenge. Ein anderer Weg zur Erhöhung des H_2 -Druckes besteht weiter darin, den Gesamtgasdruck der Gasphase zu erhöhen.

In folgenden wurde die Gasverteilung des 7019-Kreislaufes mit verschiedener Vergasung (21 und 23,5%) und verschiedenem Frischgas (Scholven, Oberschlesien) aufgestellt und für zwei Fälle vollständig durchgerechnet. Es wurde die zur Erreichung von 250 atm H_2 -Druck erforderliche Washölmenge (Scholvener Mittelöl bzw. 7019 b-Mittelöl) und die H_2 -Verluste berechnet. Weiter wurde untersucht, ob durch Erhöhung des Gesamtdruckes von 325 auf 350 atm die Ölwäsche eingespart werden kann. Die Rechnung ergibt hier, daß für Scholvener Frischgas und bei einer Vergasung von 21 % sich ein H_2 -Druck von 246 atm einstellt. Bei 23,5 % Vergasung oder bei einem CH_4 -Gehalt von 1,3 % im Frischgas (OS) ist jedoch noch 1 obm Washöl je t Verflüssigungsmittelöl erforderlich.

11/5/40

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

14
7. Oktober 1940 Fe₄

Wasserstoffpartialdruck im 7019-Gaskreislauf.

26

Nach den bisherigen Versuchen ist beim Aromatisieren von Steinkohlenverflüssigungsmittelöl ein H_2 -Mindestpartialdruck von 250 atm am Abstreiferausgang ausreichend zu erhalten, um ein Absinken der Kontakt-Aktivität zu verhindern. Der H_2 -Partialdruck hängt ab vom Gesamtgasdruck, von der Höhe und Zusammensetzung der Vergasung, von der Löslichkeit im Abstreifer und von den Undichtigkeiten des Systems; er läßt sich durch partielle Kreislaufgasentspannung, durch Ölwäsche des Kreislaufgases oder durch Zusammenlegung mit 6434-Kreislauf erhöhen; je H_2 -reicher das Waschöl ist, umso kleiner ist hierbei die erforderliche Ölmenge. Ein anderer Weg zur Erhöhung des H_2 -Druckes besteht weiter darin, den Gesamtgasdruck der Gasphase zu erhöhen.

Im folgenden wurde die Gasverteilung des 7019-Kreislaufes mit verschiedener Vergasung (2% und 23,5%) und verschiedenem Frischgas (Scholven, Oberschlesien) aufgestellt und für zwei Fälle vollständig durchgerechnet. Es wurden die zur Erreichung von 250 atm H_2 -Druck erforderliche Waschölmenge (Scholvener Mittelöl bzw. 7019 b-Mittelöl) und die H_2 -Verluste berechnet. Weiter wurde untersucht, ob durch Erhöhung des Gesamtdruckes von 325 auf 350 atm die Ölwäsche eingespart werden kann. Die Rechnung ergibt hier, daß für Scholvener Frischgas und bei einer Vergasung von 2% sich ein H_2 -Druck von 246 atm einstellt. Bei 23,5% Vergasung oder bei einem CH_4 -Gehalt von 1,3% im Frischgas (OS) ist jedoch noch 1 cbm Waschöl je t Verflüssigungsmittelöl erforderlich.

10.5.41

	H ₂ -Partialdruck ohne Ölwasch atm	H ₂ -Partialdruck mit Ölwasch atm	Wach- s sa Ver- flüs- sungs- Mi	H ₂ -Löslich- keit Ab- str.	Verlust durch Wach- s sa tig- keit	Gesamt ab- str.
<u>pro t Verflüssigungsmittelöl</u>						
<u>a) 325 atm Gesamtgasdruck</u>						
1) Frischgas OS-Scholvener Wasch- öl - 21 % Vergasung	216	250	3,2	83	95	208
2) Frischgas OS-7019-b-Mittelöl - 21 % Vergasung	216	250	6,2	84	78	192
3) Frischgas Scholven - Scholvener Waschöl - 23,5 % Vergasung	216	250	3,5	71	105	206
<u>b) 350 atm Gesamtgasdruck</u>						
1) Frischgas OS-7019-b-Mittelöl Waschöl - 21 % Vergasung	246	250	1,0	71	12	113
2) Frischgas Scholven-7019-b- Mittelöl - 23,5 % Vergasung	246	250	1,0	71	12	113
3) Frischgas Scholven - 21% Verg.	246	-	-	70	-	100

Für Scholven ergibt die Rechnung im ungünstigsten Falle (Fall a3) einen H₂-Verbrauch von 1026 cbm H₂ pro t 7019-Benzin -165⁰¹) gegenüber 960 cbm je t 5058/6434-L-Benzin²⁾ vorausgesetzt, daß das s-Benzin nicht über 7019 geht und das 7019-Benzin über 7360 raffiniert wird. Bei druckloser Refination des 7019-Benzins erhöht sich der H₂-Verbrauch je t infolge Refinationsverlusten auf 1056 cbm. Auf die t s-Benzin + Mittelöl bezogen beträgt der H₂-Verbrauch beim Fahren auf

VF 705	795 cbm H ₂
OV ₂ b	700 " H ₂ bei 23,5% Verg.
bezw.	675 " H ₂ " 21 % "

- 1) ohne s-Benzin
- 2) bei einer Gesamtvergasung von 17,7 %

Berechnung der Waschölmenge für 7019-Gaskreislauf
(Oberschlesien)

Es soll die zur Aufrechterhaltung eines H_2 -Partialdruckes im Ofen von 250 atm erforderliche Waschölmenge berechnet werden.

Grundlagen:

Bezugsgröße	1 t Frischöl																											
Abstreifermenge	2,84 t; spez. Gew. 0,85; 3,34 cbm																											
Eingangsgasmenge	7050 cbm																											
Frischgasmenge (Annahme)	735 cbm = 706 cbm 100%iger H_2																											
Frischgasanalyse ²⁾	96,4 % H_2 ; 1,7 % H_2 ; 0,3 % CO; 0,3 % CO_2 1,3 % CH_4 ; verg. kg C = 182,5; $mC = 2,2$ KW-Verteilung Gew.-% ³⁾ : 16,6 CH_4 ; 21,6 % C_2H_6 41,4 % C_3H_8 ; 20,4 % C_4H_{10} Vol.-%: 33,55 CH_4 ; 23,3 C_2H_6 33,8 % C_3H_8 ; 11,35 % C_4H_{10}																											
Gesamtdruck	325 atm; Gaspartialdruck: 285 atm. hinter Abstr.																											
Löslichkeit im Abstreifer	<table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>CO_2</th> <th>CO</th> <th>H_2</th> <th>N_2</th> <th>C_1</th> <th>C_2</th> <th>C_3</th> <th>C_4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>cbm / cbm / atm⁴⁾</td> <td>3,0</td> <td>0,2</td> <td>0,1</td> <td>0,15</td> <td>0,48</td> <td>2,25</td> <td>7,2</td> <td>19,8</td> </tr> <tr> <td>Löslichkeit im Waschöl (Scholven)⁵⁾</td> <td>1,8</td> <td>0,14</td> <td>0,12</td> <td>0,177</td> <td>0,5</td> <td>1,62</td> <td>3,08</td> <td>5,5</td> </tr> </tbody> </table>		CO_2	CO	H_2	N_2	C_1	C_2	C_3	C_4	cbm / cbm / atm ⁴⁾	3,0	0,2	0,1	0,15	0,48	2,25	7,2	19,8	Löslichkeit im Waschöl (Scholven) ⁵⁾	1,8	0,14	0,12	0,177	0,5	1,62	3,08	5,5
	CO_2	CO	H_2	N_2	C_1	C_2	C_3	C_4																				
cbm / cbm / atm ⁴⁾	3,0	0,2	0,1	0,15	0,48	2,25	7,2	19,8																				
Löslichkeit im Waschöl (Scholven) ⁵⁾	1,8	0,14	0,12	0,177	0,5	1,62	3,08	5,5																				
Spez. Gewicht des Scholveners Waschöls ⁵⁾	0,832 bei 15°C																											
chem. geb. H_2	527 cbm																											
Gasverlust	0,5 % vom Kreislaufgas bei 300 atm																											
Löslichkeit im 7019-Mittelbl ⁶⁾	<table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>CO_2</th> <th>CO</th> <th>H_2</th> <th>N_2</th> <th>C_1</th> <th>C_2</th> <th>C_3</th> <th>C_4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Löslichkeit im 7019-Abstr.⁷⁾</td> <td>2,8</td> <td>0,19</td> <td>0,05</td> <td>0,08</td> <td>0,29</td> <td>1,6</td> <td>5,44</td> <td>8,5</td> </tr> <tr> <td>Frischgasanalyse von Scholven⁸⁾</td> <td>3,0</td> <td>-</td> <td>0,085</td> <td>0,14</td> <td>0,47</td> <td>2,3</td> <td>7,02</td> <td>12,55</td> </tr> </tbody> </table>		CO_2	CO	H_2	N_2	C_1	C_2	C_3	C_4	Löslichkeit im 7019-Abstr. ⁷⁾	2,8	0,19	0,05	0,08	0,29	1,6	5,44	8,5	Frischgasanalyse von Scholven ⁸⁾	3,0	-	0,085	0,14	0,47	2,3	7,02	12,55
	CO_2	CO	H_2	N_2	C_1	C_2	C_3	C_4																				
Löslichkeit im 7019-Abstr. ⁷⁾	2,8	0,19	0,05	0,08	0,29	1,6	5,44	8,5																				
Frischgasanalyse von Scholven ⁸⁾	3,0	-	0,085	0,14	0,47	2,3	7,02	12,55																				
Frischgasanalyse von Scholven ⁸⁾	97,9 % H_2 ; 0,2 % CO; 1,8 % N_2 ; 0,1 % CH_4																											

- 1) Bilanz vom 8. Oktober 1940
- 2) Gasschema 13 191 u. 13 192 M8b 26.2.40
- 3) Bericht K 804
- 4) Aktennotiz Nr. 901 vom 27. 1. 40
- 5) Bespr. Bericht Scholven vom 7.3.40 (Dr. Krönig)
- 6) Bericht K 804
- 7) Mittelwert aus 2 Bestimmungen, Ber. K 804
- 8) Angaben Dr. Donath

A) 1. Frischeses O.S. Scholvener Waschöl 21 % Vergasung
 7019 - Gasverteilung. (Benzin Endpunkt 165°C)
 (Bilanz vom 8. 10. 1940)

Bestandteil	Frischgas ebm	Ofeneingang %	Neubildung durch Hydr. CO-Umsetzung ebm	in entfern. ebm	Partialdruck atm	Abstreiferanzug %	Abstreiferanzugmenge ebm	Ba 18 in		Verlust in Waschöl gelöst ebm	Verlust hinter Umwälzpumpen ebm
								Abstr. ebm	si. ebm		
H ₂	739,52	6276,61	89,07	533,9	248,69	87,26	5661,4	57,1	34,5	29,8	5537,1
N ₂	13	253,77	3,6	13	10,9	3,83	248,2	5,45	6,22	1,21	240,77
CO	2,03	2,03	0,03	-	-	-	-	-	-	-	-
CO ₂	2,03	4,82	0,07	2,3	0,15	0,05	3,4	1,5	0,86	0,02	2,52
C ₂ H ₄	9,95	438,83	6,2	55,7	20,4	7,15	463,9	32,6	32,6	2,42	428,98
C ₂ H ₆	-	52,69	0,75	38,7	3,02	1,06	68,7	22,7	15,65	0,36	52,69
C ₃ H ₈	-	19,32	0,27	52,8	1,51	0,53	34,4	36,2	14,9	0,18	19,32
C ₄ H ₁₀	-	1,66	0,01	18,8	0,33	0,12	7,5	15,0	5,8	0,04	1,66
	767,06	7050	100,00	-6,9	285,0	100,00	6487,5	194,3	170,53	34,03	6282,94
bei 1 atm Partialdruck lösen sich in											
3,34 ebm Abstreifer											
bei 1 atm Partialdruck lösen sich in											
3,2 ebm Waschöl X)											
Verlust durch Undichtigkeit											
			CO ₂				H ₂		C ₂ H ₆		
			10,0		0,668	0,5	0,334		7,52	24,0	39,4
			5,75		0,45	0,57	0,38	1,6	5,18	9,86	17,6
			0,12		0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12
			15,87		1,238	1,19	0,834	3,32	12,82	33,98	57,12

I) Waschöl-Löslichkeiten nach Scholvener Angaben mit Ausnahme von CO, CO₂ und C₄H₁₀. Diese aus Bericht vom 4. 5. 40 Dr. Regel: Beobnungsgrundlage Lu.

A) Frischgas 0. S. 7019 b Mittelteil 21 % Vergasung
 7019 Gasverteilung (Benzin 165°C)
 Bilanz vom 8. Oktober 1940

Bestand- teil	Ofeneingang		Neubildung durch CO-Um- setzung drierg.	Zu ent- fernen ebm	Abstreifer aus- gang		Menge e km	Es lösen sich im Wash- öl ebm		Verlust ein- er	Verlust 1/2 gel. pumpen ebm	Menge hinter Umlauf- ebm
	Gas ebm	%			Parti- druck atm	zusam- men- zung %		Abstr. ebm	Abstr. ebm			
H ₂	725,42	89,48	-6,69	(533,69)	250,57	87,92	5716,14	84,0	78,00	30,2	108,2	5607,94
H ₂	12,74	3,78	-	12,74	11,61	4,0	260,80	5,6	5,55	1,35	6,9	253,9
CO	2,23	0,03	-2,23	-	-	-	-	-	-	-	-	-
CO ₂	2,23	0,40	-	2,23	0,085	0,03	1,94	0,36	1,32	0,01	1,33	0,61
CH ₄	9,73	5,83	2,23	67,66	19,20	6,74	438,53	30,6	34,5	2,3	36,8	401,73
C ₂ H ₆	-	0,40	-	38,7	2,20	0,77	50,25	16,55	21,95	0,26	22,21	28,04
C ₃ H ₈	-	0,05	-	52,8	1,2	0,42	27,4	28,8	24,0	0,01	24,01	3,39
C ₄ H ₁₀	-	0,03	-	18,8	0,33	0,12	7,54	13,0	5,46	0,04	5,50	2,04
	752,35	100,00	-6,69	-361,3	285,00	100,00	6502,60	179,41	170,78	34,17	204,95	6297,65

Bei 1 atm Partialdruck lösen sich in 3,34 m ³ Abstr.		" " " 6,2 m ³ 7019-b-M1		Verlust durch Undichtigkeit (0,5% b/300 atm)	
H ₂	CO ₂	H ₂	CO ₂	H ₂	CO ₂
0,334	0,5	0,331	0,495	0,12	1,115
1,6	17,4	1,8	17,4	0,12	27,52
7,52	27,52	9,97	27,52	0,12	27,52
24,0	27,52	33,7	27,52	0,12	27,52
39,4	27,52	52,6	27,52	0,12	27,52
57,82	27,52	92,2	27,52	0,12	27,52

A) 3 Scholvener Frischgas 23.5. Verasung
 7019 Gasverteilung

Frishgas	Neubildung durch CO- umsetzung	Hydris- rung	Zu entfer- nen ohn	Abstr. Ansg Partialdr. atm	Verlust durch Un- dichtigkeit					
					H ₂	O ₂	C ₂	C ₄		
H ₂	4.32	527.0	(531.5)	250.28	0.467	1.57	7.9	23.45	42.3	
H ₂	15		13.0	10.78	0	1.75	5.67	10.8	19.3	
CO	1.44				0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	
CO ₂					16.42	1.207	0.824	3.44	13.59	34.47
C ₁	0.72	62.3	64.46	18.5						
C ₂		45.3	43.3	3.19						
C ₃		59.1	59.1	1.72						
C ₄		21.0	21.0	0.36						
	721.0	-4.32		285.0					206 m ³	

Bei 1 atm lösen sich in 3.34 m³ Abstreifer I)
 * 1 " " " 3.5m³ Schl. w. Öl
 durch Undichtigkeit gehen verloren

Σ) Mittelwert aus zwei Bestimmungen der Ka. 804