

TITLE PAGE

7. Herstellung von Elektrodenkoks aus Hirschfelder Teer über die Druckdestillation.

Frame Nos. 20 - 25

1. Juni 1941
10. Juni 1941. Ra/Pf.
20
H. G. R. W.

Herstellung von Elektrodenkoks aus Hirschfelder Teer über die Druckdestillation.

Zusammenfassung:

Die Zusammenstellung enthält eine Schätzung der Verarbeitungsbedingungen von Hirschfelder Teer auf Elektrodenkoks über die Druckdestillation. Bei einem Asphaltgehalt von 2,4 % im leichtölfreien Teer werden voraussichtlich 2 % Koks erhalten. Um genügende Aschefreiheit des Kokses zu gewährleisten, muß der Teer verfiltriert werden. Der hohe Phenolgehalt des Teeres verursacht voraussichtlich Schwierigkeiten bei der Verwendung von Eisengefäßen durch Bildung gelöster Asche.

Bezüglich Verarbeitung von Hirschfelder Teer auf Elektrodenkoks wurden mit der von der A.S.W. am 7.4.41 eingetroffenen Teerprobe orientierende Versuche angestellt. Da die zur Verfügung stehende Teermenge von 200 kg für einen Druckdestillationsversuch zu klein war, kann der angeführte Verarbeitungsgang nur als ungefähre Schätzung angesehen werden, welche eine Bestätigung durch einen Versuch bedarf.

1.) Analyse des Teeres (P 1382 v. 7.4.41).

A) Leichtöl (8 % v. Gesamtteer):

spez. Gew./200	:	0,815
- 100°	:	35 %
- 180°	:	95,9 %

Ungesättigte ca. 47-48 %

B) Leichtölfreier Teer (92 % v. Gesamtteer):

Wasser:	1,6 %	\$ O	81,21
Pentene:	0,25 %	\$ H	9,42
Asche i. G.:	0,1 %	\$ O	8,47
s-Asphalt:	2,4 %	\$ H	0,24
Paraffin n. Holde :	3,4 % (+ 37° Schmpkt.)	\$ S	0,66
Stockpunkt:	+ 190	\$ OI	0,01
spez. Gew.:	0,983/300		
		H disp.	10,16

Gew. Engler:

Siedebeginn:	1250
- 200°	3,2 %
- 250°	27,2 %
- 325°	54,8 %
- 350°	68,4 %
Vak.-R. 3250	5,3 %

Mittelöl - 325°	:	55,3 %
spez. Gew.	:	0,988/200
Phenole	:	40,3 %

In Vergleich zu mitteldeutschen Braunkohlenschwefelteer (Deubener Teer) enthält der Hirschfelder Teer etwas mehr Asphalt (2,4 % gegen 1,5 - 2,4 %). Der Gehalt an Mittelölanteilen bis 325° ist mit 54,8 % gegen 27 % wesentlich höher als bei Deubener Teer. Außerordentlich hoch ist der Phenolgehalt, der mit 40,3 % in Mittelöl - 325° leichtölfreiem Teer 22,3 % ausmacht, gegen 4,2 % beim Deubener Teer. Der Paraffingehalt liegt beim Hirschfelder Teer mit 3,4 % weit unter dem Paraffingehalt des Deubener

Teeres (15,9 %).

2.) Druckdestillation des leichtölfreien
Hirschfelder Teeres.

Schätzung nach den Versuchen mit Deubener Teer.

Arbeitsbedingungen:

Druck	:	20 atm
Ofentemp.	:	440 - 442°
Durchsatz	:	8,0
Abschlamm- Rückführung:	:	20 % / Frischteer
Katalysator:	:	1 % Elektrodenkoks
Säulgas	:	wasserstoffhaltiges Gas ¹⁾

Ausbeute : Aus 1000 kg leichtölfreiem Teer werden
voraussichtlich erhalten: 900 kg Druckdestillat
90 kg Abschlamm
20 kg Verlust + Gas

1) bei Verwendung von 96%igem Wasserstoff etwa 0,1 - 0,15 m³
Gas/kg Frischteer.

Eigenschaften der erhaltenen Produkte:

<u>Druckdestillat:</u>	spez. Gewicht	0,970/50°
	Gew. Engler:	
	° - 200°	: 4 - 5 %
	° - 325°	: 62-63 %
	° - 350°	: 75-76 %
	Vak.-Rückst. > 325°	: 3 %
	n - Asphalt	: 0,5 - 0,8 % 1)
	Paraffin	: ca. 3,5 - 4 %

Druckdestillations-
Rückstand:

Asphalt	: 22 - 25 %
Schmelzpunkt	: + 60 - 70°

3) Elektrodenkoks.

Das Ausgangsmaterial für die Elektrodenkokserszeugung bildet der hochasphalthaltige Druckdestillationsrückstand. Aus dem Rückstand werden schätzungsweise 20 - 22 % Koks erhalten, das heißt auf leichtölfreien Teer bezogen 1,8 - 2,0 %. Möglicherweise kann eine Erhöhung dieser Menge dadurch erreicht werden, daß im Druckdestillations-Rückstand vor der Verkokung durch Verblasen Wasserdampf mit Luft der Asphalt vermehrt wird. Bei Deuhener Teer konnte mit Hilfe dieser Behandlung eine Asphaltvermehrung von 18 % auf 23 % erzielt werden.

1) ein orientierender Versuch ergab Anhaltspunkte dafür, daß Asphalte überdestillieren bzw. im Destillat sich neu bilden.

Die Voraussetzung für die Verwendbarkeit des Druckdestillations-Rückstandes für die Erzeugung von Elektrodenkoks ist möglichst vollständige Entfernung der Asche aus dem Teer. Bei Annahme von ca. 2 % Koksausbeute auf leichtölfreiem Teer muß der Aschegehalt des Teeres auf etwa 0,012 % ¹⁾ durch Filtration gedrückt werden.

Zu diesem Zwecke werden Filtrationsversuche ausgeführt. Bei Verwendung von Eisengefäßen konnte auch bei mehrmaliger Filtration (durch Filterpapier und Tuch) ein Aschegehalt von 0,03 % Asche nicht unterschritten werden, so daß die Vermutung nahe liegt, daß Eisen infolge des hohen Phenolgehaltes im Teer neuerdings gelöst wird ²⁾.

Bei Vermeidung von Eisengefäßen wurde ein Aschegehalt von 0,02 nach einmaliger Filtration erreicht. Die Asche enthielt:

20,73 % Fe
 1,1 % SiO₂
 1 % Na
 0,1 - 0,5 % Si, Pb, Al, Sb
 0,01 - 0,1 % As, Ca, Sn, Mg, Ti
 < 0,01 % Sn, Mn, Sr

Dazu war eine größere Menge Zn vorhanden, welches vermutlich aus dem Material des Fasses stammt, in dem der Teer angeliefert worden war.

Um gelöste Asche auszufällen, wurde Hirschfelder Teer vor dem Filtrieren (unter Anschluß von Eisengefäßen) 1 Stunde lang bei etwa 80° mit gasförmigem H₂S und NH₃ gleichzeitig behandelt. Die Filtration ergab eine Ascheverminderung auf 0,008 - 0,01 % im Filtrat, entsprechend etwa 0,5 % Asche im Koks.

1) entsprechend maximal 0,6 % Asche im Koks.

2) bzw. daß die Asche in gelöstem Zustand vorliegt.

Diese Asche hatte folgende Zusammensetzung:

größere Mengen Zink und Natrium

27,92 % Fe (entsprechend 0,14 % im Koks)

1,8 % SiO_2 (entsprechend 0,009 % im Koks)

1 % Al

0,1 - 0,5 % Ca, Si, Sb, Pb, Sr

0,01 - 0,1 % As, Sn, Mg, Ti, Bi

<0,01 % Ba, Cu, Mn

Vanadin war in beiden Fällen nicht nachweisbar.

4. Korrosionsversuche.

Da der Hirschfelder Teer schon bei den Filtrationsversuchen in Eisengefäßen Anzeichen dafür zeigte, daß Eisenteile angegriffen werden, wurden Korrosionsversuche mit Eisen und V 10 -Material ausgeführt. Die Resultate (Zus.-Stellg. Dr. Dinkler v. 22.V.41 Nr. 18 6761) sind in Anlage beigelegt. Es ist daraus ersichtlich, daß der Hirschfelder Teer infolge seines hohen Phenolgehaltes im Vergleich zu Deubener Teer viel höhere Korrosion zeigt als dieser. Bei Eisen betrug bei 140° die Korrosion bei Hirschfelder Teer $3,5 \text{ mg/cm}^2/24 \text{ h}$ gegen $0,1 \text{ mg/cm}^2/24 \text{ h}$ bei Deubener Teer. Es wäre durch einen ausreichenden Versuch festzustellen, ob und in welchem Maße diese korrosive Wirkung des Hirschfelder Teeres bei der destillativen Verarbeitung des Teeres auftritt. Erhebliche Bildung gelüster Asche durch Korrosionserscheinungen könnte die Erzielung genügend aschefreien Ausgangsmaterials für die Elektrodenkoksherstellung in Frage stellen.

Gemeinsam mit

Dr. Schiffmann

" Lemme

" Dinkler

" Gieg

" Sche-ner

gez. Rank