

Modul für Kohlesäuren.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pfaff

Analysis 7/16

Zusammenfassung:

T-266

Nach mineralogischen Untersuchungen und Analysen von Kohlesäuren wird ein Modul zur Charakterisierung der Kohlesäuren errichtet.

Nach Brock 1) ergab die mineralogische Untersuchung der Kohlesäuren folgende Resultate:

- 1.) Alles H_2O ist als Biotit ($K_2O \cdot 4 CaO \cdot 2 Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2 \cdot H_2O$) vorhanden.
- 2.) Das nicht im Biotit gebundene Kalium ist als Muskovit ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2 \cdot 2 H_2O$) gebunden.
- 3.) Das Natrium ist als $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$ gebunden.
- 4.) Die Phosphorsäure liegt als $Al PO_4$ vor.
- 5.) Das nicht als $CaSO_4$, $CaCO_3$ oder organisch gebundene CaO liegt als Anorthit ($CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$) vor.
- 6.) Der Rest Al_2O_3 und SiO_2 liegt als $Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2 H_2O$ vor.

Diese Annahmen gelten für wasserunsättigte Kohlenäsuren, über das Liegen der Kohlenäsuren wird nicht ausgesagt, es wird offenbar vorausgesetzt, dass es in Form von Calcit oder Pyrit auftritt. Weiter wird angenommen, dass bei den Versuchsbedingungen (70° - 80°) keine anderen Veränderungen an den Mineralen statt finden als Hydratwasserabgabe. Für die Kalk- und Sulfidwasserabgabe und für die Hydratung der Al_2O_3 gilt dieselbe Hypothese ebenso.

Es wurde nur versucht, die bei den vorliegenden Untersuchungen unter Berücksichtigung der Ergebnisse von Brock 1) das Resultat und eine Art Modul zur Charakterisierung der Kohlesäuren zu errechnen. Als Resultat soll hier nur das Modul angegeben sein. Die Bindung der alkalischen Bestandteile ist nicht angegeben, insbesondere beim Kalium $Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2 \cdot 2 H_2O$.

1) Brock, S. 103. 1933, 1934, 1935, 1936, 1937, 1938, 1939, 1940, 1941, 1942, 1943, 1944.

Da bei uns bei der üblichen Aschenanalyse SO_2 in der Kohle, CO_2 in der Kohle, Na in der Asche und wasserlösliche Karbonat-Asche nicht bestimmt werden, könnten nur angenäherte Werte errechnet werden.

Der Glührückstand wurde gleich wasserunlösliche Karbonat-Asche gesetzt, das Natrium wurde als Kalium gerechnet, der CO_2 - und SO_2 -Gehalt der Kohle bei der Berechnung der für die Bindung des CaO notwendigen sauren Bestandteile nicht berücksichtigt. Ebenso wurde der TiO_2 -Gehalt der Asche nicht in die Rechnung einbezogen.

Berechnung des Moduls:

In Biotit ($\text{K}_2\text{O} \cdot 4 \text{MgO} \cdot 2 \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6 \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) entspricht

$$1 \text{ MgO} \dots\dots\dots 1/4 \text{ K}_2\text{O} : 1/4 \cdot \frac{94,20}{40,32} \text{ K}_2\text{O} = 0,58 \text{ K}_2\text{O}$$

$$\dots\dots\dots 1/2 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 1/2 \cdot \frac{101,94}{40,32} \text{ Al}_2\text{O}_3 = 1,26 \text{ Al}_2\text{O}_3$$

$$\dots\dots\dots 3/2 \text{ SiO}_2 : 3/2 \cdot \frac{60,06}{40,32} \text{ SiO}_2 = 2,24 \text{ SiO}_2$$

In Muskowit entspricht

$$1 \text{ K}_2\text{O} \dots\dots\dots 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : \frac{101,94}{34,80} \text{ Al}_2\text{O}_3 = 1,08 \text{ Al}_2\text{O}_3$$

$$\dots\dots\dots 6 \text{ SiO}_2 : \frac{6 \cdot 60,06}{94,20} \text{ SiO}_2 = 3,82 \text{ SiO}_2$$

Im AlPO₄ entspricht

$$1 \text{ P}_2\text{O}_5 \dots\dots\dots 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : \frac{101,94}{142,04} \text{ Al}_2\text{O}_3 = 0,72 \text{ Al}_2\text{O}_3$$

In Anorthit entspricht

$$1 \text{ CaO} \dots\dots\dots 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : \frac{101,94}{36,08} \text{ Al}_2\text{O}_3 = 1,82 \text{ Al}_2\text{O}_3$$

$$\dots\dots\dots 2 \text{ SiO}_2 : \frac{2 \cdot 60,06}{36,08} \text{ SiO}_2 = 2,14 \text{ SiO}_2$$

$$\begin{aligned} &= \text{Al}_2\text{O}_3 - 1,26 \text{ MgO} - 1,08 (\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} - 0,58 \text{ MgO}) \\ &- 0,72 \text{ P}_2\text{O}_5 - 1,82 \text{ CaO} + \text{SiO}_2 - 2,24 \text{ MgO} \\ &- 3,82 (\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} - 0,58 \text{ MgO}) - 2,14 \text{ CaO} \end{aligned}$$

Formel des Moduli

$$M = \frac{Al_2O_3}{102} - 0,45 FeO - 4,5 Na_2O - 71 P_2O_5$$

Voraussichtlich wird dieser Modul relativ genommen über die Art der Kohlensäuren ähnliche Aussagen machen wie die bei uns nach einer konventionell festgelegten Methode bestimmte Alkalität.

gez. Renk

003

High Pressure Experiments
- In 1.

6/30/44

From Dr. Pier's Private Files.

A MODULUS FOR THE COAL ASH.

Summary.

Mineralogical investigations and analysis of coal ash are used to express a modulus for the characterization of coal ash.

According to Table 1/ mineralogical studies of the coal ash have led to the following conclusions:

- 1). All Mg is present as the biotite, $K_2O.4MgO.2Al_2O_3.6SiO_2.H_2O$
- 2). Potassium not combined in biotite is present as the muscovite, $K_2O.Al_2O_3.6SiO_2.2H_2O$.
- 3). Sodium is combined to $Na_2O.Al_2O_3.5SiO_2$.
- 4). Phosphoric acid exists as $AlPO_4$.
- 5). Lime, other than $CaSO_4$, $CaCO_3$, or organically bound lime, is present as aluminite, $CaO.Al_2O_3.2SiO_2$.
- 6). The balance of Al_2O_3 and SiO_2 exists as $Al_2O_3.2SiO_2.2H_2O$.

These assumptions are applicable to water insoluble carbonate ash. No statements are made regarding the lime found in the coal ash, it being evidently assumed to exist as the oxide or hydroxide. It is further assumed, that at the boiling temperature (100 - 250°C) all limestones suffer no other changes than the loss of water of hydration. The hypothesis therefore remains applicable to low or intermediate temperature calcining.

Attempts are here made to calculate the ash modulus in the light of the above assumptions, and to calculate some part of the factor for the characterization of the ash. As a result, this modulus will indicate this expression of the ash modulus.

U.S. Bureau of Mines, Bulletin 474, Jan. 1944, pp. 53 - 57.

003e

after the combination with the alkalis or alkaline earth constituents.

In the usual methods of ash analyses, the SO_3 and CO_2 present in the coal, the sodium in the ash and the water insoluble carbonate ash are not determined, and only approximate values could be obtained.

The residue after ignition was assumed to equal the water insoluble carbonate ash, the CO_2 and SO_3 needed as the acidic constituents demanded for the neutralization of CaO were left out of consideration. Nor has the TiO_2 contents of the ash been taken into account.

Calculation of the Modulus.

1 MgO in biotite ($\text{K}_2\text{O} \cdot 4\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) represents:

$$1/4 \text{K}_2\text{O}: 1/4 \times \frac{94.20}{40.32} \text{K}_2\text{O} = 0.58 \text{K}_2\text{O}$$

$$1/2 \text{Al}_2\text{O}_3: 1/2 \times \frac{101.94}{40.32} \text{Al}_2\text{O}_3 = 1.26 \text{Al}_2\text{O}_3$$

$$3/2 \text{SiO}_2: 3/2 \times \frac{60.06}{40.32} \text{SiO}_2 = 2.24 \text{SiO}_2$$

$$1 \text{K}_2\text{O} \text{ in muscovite represents } 1 \text{Al}_2\text{O}_3: \frac{101.94}{94.20} \text{Al}_2\text{O}_3 = 1.08 \text{Al}_2\text{O}_3$$

$$\text{muscovite represents } 6 \text{SiO}_2: \frac{6 \times 60.06}{94.20} \text{SiO}_2 = 3.82 \text{SiO}_2$$

$$\text{In } \text{AlPO}_4, 1 \text{P}_2\text{O}_5 \text{ represents } 1 \text{Al}_2\text{O}_3: \frac{101.94}{142.04} \text{Al}_2\text{O}_3 = 0.72 \text{Al}_2\text{O}_3$$

$$1 \text{CaO} \text{ in anortite represents } 1 \text{Al}_2\text{O}_3: \frac{101.94}{57.08} \text{Al}_2\text{O}_3 = 1.82 \text{Al}_2\text{O}_3$$

$$\text{CaO in anortite represents } 2 \text{SiO}_2: \frac{2 \times 60.06}{56.08} \text{SiO}_2 = 2.14 \text{SiO}_2$$

$$M = \text{Al}_2\text{O}_3 - 1.26 \text{MgO} - 1.08 (\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} - 0.58 \text{MgO}) - 0.72 \text{P}_2\text{O}_5 -$$

$$- 1.82 \text{CaO} + \text{SiO}_2 - 2.24 \text{MgO} - 3.82 (\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} - 0.58 \text{MgO}) -$$

$$- 2.14 \text{CaO}$$

$$\text{Formula for the Modulus: } M = \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 - 0.65 \text{MgO} - 4.90$$

$$(\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}) - 3.96 \text{CaO} - 0.72 \text{P}_2\text{O}_5$$

Only relative values of this modulus are provisionally used to predict similar information about the nature of coal ash as from the alkalinity determined by us by the conventional methods.

VII-200-20-2005957
Abteilung Hydrierung
Gruppe KA

Analysen
= 15

Mit 10 für *Wahrnehmung*

Abschrift! Eb. 27.5.48

Zurück an

Verzögerer Dlr. Dr. Pier

Konzentrationsbestimmungen von Breien und Pasten mit dem
Brabender Plastographen.

T-216
translated

Von der Betriebskontrolle wurde auf Veranlassung der KA. zwecks
laufender Überwachung der von uns erzeugten Breie der "Brabender
Plastograph" angeschafft.

Prinzip und Nomenklatur. Bei diesem Apparat soll die Quasi-
Viskosität eines abgezweigten Teilstromes des betreffenden Breies
laufend gemessen und registriert werden.

Zwischen der Quasi-Viskosität und der Konzentration besteht
unter gewissen Voraussetzungen ein Zusammenhang dergestalt, daß
der höheren Konzentration eine höhere Zähigkeit entspricht. Diese
Voraussetzungen sind, auf unseren Fall zugeschnitten, folgende:

- 1) Die Zähigkeit muß, wie andere echte Zähigkeiten auch, bei
stets derselben konstanten Temperatur gemessen werden.
- 2) Die Kornverteilung des anzumischenden Pulvers muß konstant
sein.
- 3) Die Grundzähigkeit des als Anmischmittel dienenden Öls muss
konstant sein.
- 4) Während der Messung darf keine Entmischung der Komponenten
stattfinden.

Wie vorausgeschickt werden soll, waren bei den ersten Vorversuchen
von den vier Voraussetzungen nur die drei letzten annähernd er-
füllt. Die Forderung der Temperaturkonstanz jedoch war aus Grün-
den, die gleich erörtert werden sollen, trotzdem Beheizung durch
einen Thermostaten erfolgte, in keiner Weise gewährleistet.
Die Temperaturkonstanz muss bei jeder Zähigkeitsbestimmung als
Kardinalforderung angesehen werden, besonders bei Stoffen, wie
es unsere Breie sind. Ein Brei von 50° z.B. ist viermal so zäh,
wie der gleiche Brei bei 70°, d.h. also sehr geringe Temperaturschwankungen bringen ungeheure Änderungen der Zähigkeit hervor.
Aus diesem Grunde mußte, ehe überhaupt an weitere Untersuchungen
gedacht werden konnte, erst einmal dieser Fehler auf experimen-
tellem Wege restlos beseitigt werden.

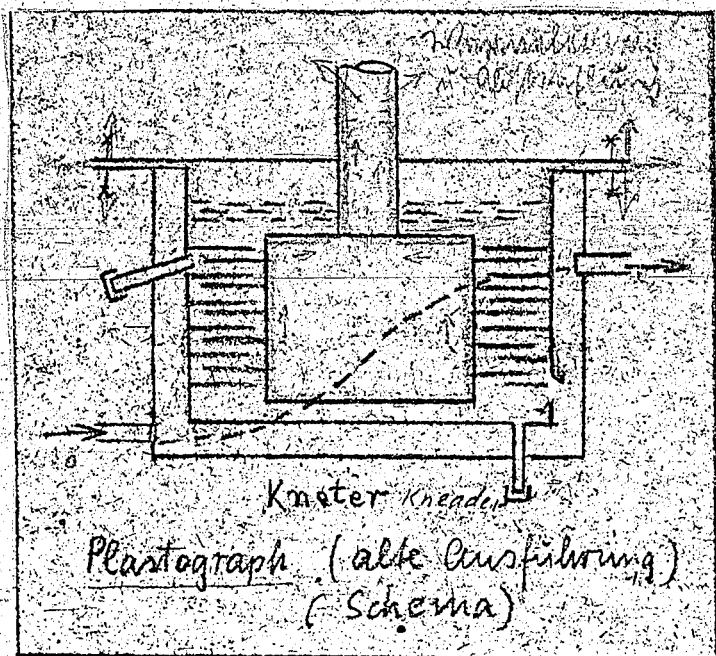
Bezüglich der Nomenklatur ist noch zu sagen; daß die Bezeichnung
Plastograph etwas irreführend ist; gemeint ist ein Werkzeug zur
Messung von Viskositäten in höheren Bereichen.

3377

504

Beschreibung des Plastographen (ursprüngliche Bauweise).

In einem Topf (Knetter genannt) von ca. 19 x 13 cm, dreht sich inner halb des zu messenden Breies eine Walze mit der konstanten Geschwindigkeit von 56 Umdrehungen/Min. Zur Erzielung eines größeren Widerstandes (und damit größerer Meßempfindlichkeit) sind sowohl Innenfläche des Topfes als auch Außenfläche der Walze mit einer größeren Anzahl von Stacheln besetzt, die auf Luke stehen. In Betriebsverwendung soll der zu messende Brei den Topf durch zwei Stützen von unten nach oben durchströmen; für Laboratoriumsversuche sind diese durch Nippel verschlossen (Bild 1).



Conduction and radiation of heat

old model (schematic)

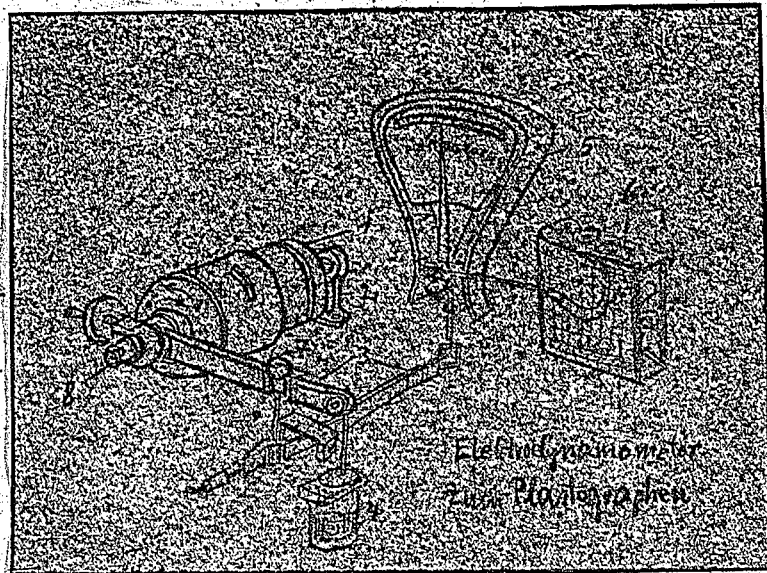
Fig. 1

Die Beheizung erfolgt durch einen Thermostaten mit Ölfüllung nach Art des Höppler-schen.

Die Messung des Drehwiderstandes (der der Zähigkeit proportional ist) erfolgt durch ein sogenanntes Elektrodynamometer, das mit dem Topf über zwei Kegelhäder mit Hilfe einer Kuppelung (Bild 2, Nr. 8) verbunden ist.

Bild 2

Fig. 2



Elektrodynamometer
für Plastographen

Electrodynamo-
meter for
plastograph

Dieses besteht aus einem Synchronmotor (1), der frei pendelnd (2) gelagert ist. Jeder Widerstand, den die Stifte des Kneters in dem zu untersuchenden Brei erfahren, äußert sich als Reaktionskraft im Gehäuse des Motors, die dieses in einer der Drehrichtung des Ankers entgegengesetzten Richtung zu drehen bestrebt ist. Diese Drehmomente werden durch ein Hebelsystem (3), dessen Bewegung durch einen Öldämpfer (4) gedämpft werden, auf die Messorgane (5, 6) übertragen. Mehrere verschieden große Gewichte (7), die als Vorbelastung dienen, gestatten es, den Meßbereich auf das Vielfache auszudehnen.

Während das sehr elegante und genaue eigentliche Elektrodynamometer in den wesentlichen Teilen von uns nicht geändert zu werden brauchte, zwangen die thermischen Unzulänglichkeiten des Kneters zu einem durchgreifenden Umbau desselben. Es zeigte sich, daß die Zähigkeitswerte wild schwankten, sowie ein Luftzug erzeugt wurde. Der Grund ist in folgenden physikalischen Tatsachen zu sehen: Die aus dem Brei herausragenden starken, gut leitenden Metallteile "saugen" unter den wechselnden Außenbedingungen wechselnde Mengen Wärme aus dem Brei ab, in allen Fällen jedenfalls zunächst mehr, als die Thermostatenbeheizung über den hohen Wärmewiderstand des Breies rasch nachzuliefern im Stande ist. Es entsteht also innerhalb des Breies ein Temperaturgefälle. Hiervon werden die den Metallteilen, insbesondere der Stachelwalze, anliegenden Schichten, die ja gerade für die Viskosität maßgebend sind, in wechselndem Maße betroffen.

Man könnte eine konstante Einstellung des Viskositätswertes erzwingen, indem man den ganzen Apparat seinerseits in einen Thermostaten setzt, also etwa einen Glaskasten mit Luftbeheizung. Aus naheliegenden Gründen müßte die gewählte Außentemperatur in den meisten Fällen weit unter der Thermostatentemperatur liegen. Das Temperaturgleichgewicht wäre dann kein statisches, sondern ein dynamisches, d.h., das Temperaturgefälle als solches bliebe, nur wäre es konstant. Das bedeutet, daß es außerordentlich schwer ist, eine Durchschnittstemperatur des Breies zu errechnen, und damit einen eindeutigen Zusammenhang zwischen Temperatur und Zähigkeit festzulegen, besonders wenn man beabsichtigt, diese im absoluten Maßsystem auszudrücken.

Eine weitere Fehlerquelle war die Anbringung der Ein- und Ausflusstutzen für das Umlauföl des Thermostaten; diese waren in der in Fig. 1 gezeigten Form, wie man sie häufig an Apparaten findet, angebracht. Wie man an einem hitzeempfindlichen Lack erkennen konnte, war die Zone unterhalb der S-förmigen punktierten Linie praktisch unbeheizt, da das Öl sich einfach den kürzesten Weg suchte.

Plastograph (neue Bauweise).

(Bild 3)

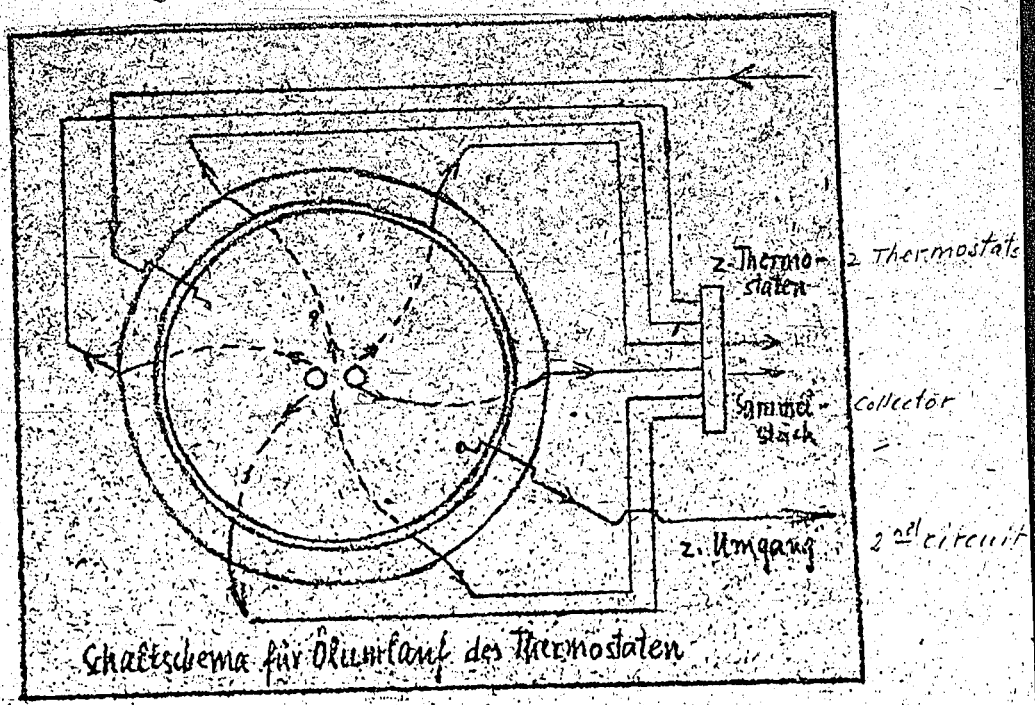


Fig. 3. Plastograph, new model.
schematic connections of heating oil circuit

007 5

Es wurde daher eine Schaltung gemäß Bild 3 entwickelt (siehe auch die große Zeichnung 4): Der Thermostat hat 3 Ein- und Auslaufstutzen. Davon arbeiten zwei auf zwei im Topfboden angebrachte Stutzen. Von diesen verteilt sich das Öl über den hohlen Boden symmetrisch über die hohle Seitenwand nach sechs im Abstand von 60° .

Über den Umfang verteilten Ausflußstutzen, von hier über 6 Schläuche zu einem gläsernen Sammelstück, das sechs Einläufe und zwei Ausläufe hat. Der dritte Thermostatenanschluss wird dazu ausgenutzt, um eine hohle Metallscheibe, die über dem Brei lagert, mit Heizöl durchfließen zu lassen. Auf diese Weise wird die einzige noch freie Oberfläche des Breies fast völlig von einer "Oberheizung" bedeckt.

Zur Zuleitung des Heizöles wurde ein Schlauch aus Perbunan/Perduranverschnitt gewählt. Dieser ist gegen Öl beständig und verträgt Dauererhitzung bis 150°C . Er wurde uns liebenswürdigerweise von der I.G. Farbenindustrie, Leverkusen, Kautschuk-Zentrallabor, zur Verfügung gestellt.

Zu diesen Abänderungen tritt als hauptsächlichste die Einschaltung von Wärmedämmstoffen zwischen Knetter und Halteplatte sowie zwischen Stachelwalze und Kraftübertragung. Für die erste Aufgabe wurde der Preßstoff "Mycelex" (AEG/Henningsdorf) aus Bleiboratglaspulver und Glimmerpulver gewählt, der Dauererwärmung bis über 300° verträgt (da er rein anorganischer Zusammensetzung ist) und der sich bei der Bearbeitung weitgehend wie Metall verhält. Für die Achse der Stachelwalze wurde ein Rohr aus V120-Stahl (Krupp Essen) von 1 mm Wandstärke, dessen Masse außerdem noch durch eine große Zahl von Löchern weitgehend vermindert wurde, gewählt. (Eine andere Achse aus Sinter-tonerde mit Metallendkappen ist in Vorbereitung). V120 hat eine 5 mal so geringe Wärmeleitfähigkeit, wie Gußstahl. Die wärmedämmenden Teile sind in der Zeichnung Bild 4 grün gezeichnet.

Die Summe dieser thermischen Maßnahmen bewirkt, daß eine Ableitung mit nachfolgender Abstrahlung der Wärme weitgehend verhindert wird, so dass jeder Punkt des Breies die gleiche mit der Ölbeheizung nahezu übereinstimmende Temperatur besitzt.

Für Laboratoriumszwecke wurde außerdem ein beheizter Umgang an den Knetter angebaut. Dieser erzeugt mit Hilfe einer Förderschnecke eine langsame, dem Schwerfeld entgegengesetzte Umwälzung und verhindert dadurch ein Absinken von Feststoffen bzw. Entmischen des Breies.

Der gesamte Knetter, soweit er aus Metall besteht, ist außerdem von einem Holzkasten umschlossen, der mit glaswollegestopften Kissen

angefüllt ist. Die Öl Zu- und Abführungsschläuche sind zu Bündeln vereinigt und mit Asbstfäden umwickelt.

Thermische Vorversuche. Der Erfolg dieser mühevollen Arbeit war durchschlagend. Es zeigte sich tatsächlich, daß eine Abhängigkeit von der Außentemperatur nicht mehr besteht und daß der Brei weitgehend die Temperatur des Ölbadens annimmt. Nachstehende Zahlen wurden in vergleichenden Versuchen mit der alten und neuen Anordnung gewonnen:

Alte Anordnung.

Öl	67,5	72,5	76,1	82,2	87,0	93,5	97,5	102,8	108,0	132,5 ⁰
Brei	62,2	66,0	69,0	72,1	78,0	83,0	88,0	92,0	96,0	120,5 ⁰
d	-5,3	-6,5	-7,1	-10,1	-9,0	-10,5	-9,5	-10,8	-12,0	-12,0 ⁰

Neue Anordnung.

Öl	72,0	77,8	82,6	87,7	94,5	99,0	103,5	108,1	113,5 ⁰
Brei	72,2	77,4	82,2	87,0	93,5	97,8	102,3	106,9	112,0 ⁰
d	+0,2	-0,4	-0,4	-0,7	-1,0	-1,2	-1,2	-1,2	-1,5 ⁰

Bei zwei vergleichbaren Werten zeigt sich also, daß bei der alten Anordnung eine Temperaturdifferenz zwischen Heizöl und Brei von -12° bei der neuen Anordnung von $-1,5^{\circ}$, besteht. Auch diese geringfügige Differenz dürfte bei der Sinterkorundachse größtenteils verschwinden.

Es ist erstaunlich, wie wenig diese thermischen Fehlerquellen von anderen Stellen erkannt worden sind. So leidet ein von einer führenden Apparatebaufirma in Serienfabrikation erzeugter und unter erheblichem Propagandaaufwand vertriebener Zähigkeitsmesser an derselben grundsätzlichen Unzulänglichkeit.

Anschluß ans absolute Meßsystem. Die Meßskala des Plastographen zeigt $0 - 1000$ g. (bei Vorbelastung evtl. höhere Werte), entsprechend der Widerstandskraft, die am Umfang der Stachelwalze wirkt. Diese Zahlen müssen in Zähigkeitswerte des absoluten Meßsystems umgeiecht werden. Zu diesem Zweck wurden hochviskose, durchsichtige synthetische Öle, die freundlicherweise von der I.G.Lu zur Verfügung gestellt wurden, in einem Satz Ubbelohde-Viskosimeter, die eine direkte Messung im absoluten Meßsystem gestatten, gemessen und diese Eichöle in den Kneten eingefüllt. Die erhaltenen Meßpunkte ergeben eine Eichkurve (Brabender-Skalenteile gegen Centistokes).

Messung von Breien. Bei der Zähigkeitsmessung von Kohlebreien zeigte sich, wenn diese durch Umstellen der Konzentration an einem laufenden System in kurzer Frist gewonnen wurden, eine enorme Abhängig-

- 7 -

keit von der Kohlekonzentration. Es ist dagegen nicht so, daß einer bestimmten Zähigkeit eine bestimmte Konzentration entspricht. Das kann auch garnicht sein, da nach jahrelangen Beobachtungen die Mahlfeinheit, gemessen am Durchgang durch 10000er Sieb (0,06 mm), sehr stark schwankt, wenigstens, wenn man einen Zeitraum von mindestens 24 Stunden betrachtet. Der Grund hierfür dürfte in einer wechselnden Beschaffenheit der Kohle liegen. Ferner ist die Forderung Nr. 2, die konstante Grundzähigkeit des Anreibeöls, nicht vollkommen gewährleistet, da schon dessen Gehalt an Feststoffen und Asphalten Schwankungen unterworfen ist.

Gleichwohl dürfte die Messung der Zähigkeit von betrieblichem Interesse sein, da die zu beobachtenden Fehler hauptsächlich grober Natur sind und unvermittelt auftreten, während die Änderung der Mahlfeinheit und der Anreibeölqualität "schleichend" vor sich geht.

In der Praxis hätte man es also mit langsam ansteigenden oder abfallenden Zähigkeitskurven zu tun, die an einzelnen Stellen durch Unstetigkeiten unterbrochen wären. Diese lenken dann die Aufmerksamkeit der Betriebsleitung auf irgendwelche Unregelmäßigkeiten in der Kohle- und Ölzufuhr.

Noch günstiger liegen die Verhältnisse bei den Soda- und Salmiakpasten, da die Mahlfeinheit infolge gleichmäßigeren angelieferten Materials nicht so schwankt.

Weitere Zusammenhänge. Vergleicht man Viskositätskurven von Gelsenbergkohlebrei und Scholvener Kohlebrei, so fällt der enorme Abfall der Scholvener Kurve im Bereich zwischen 50-70° auf, welches Verhalten Gelsenbergbrei nicht zeigt. Der Unterschied dürfte durch den stärkeren Gehalt an Asphalten im Scholvenbrei bedingt sein. Es ist möglich, daß bei genauerer Durchforschung hier noch interessante Zusammenhänge aufzudecken sind.

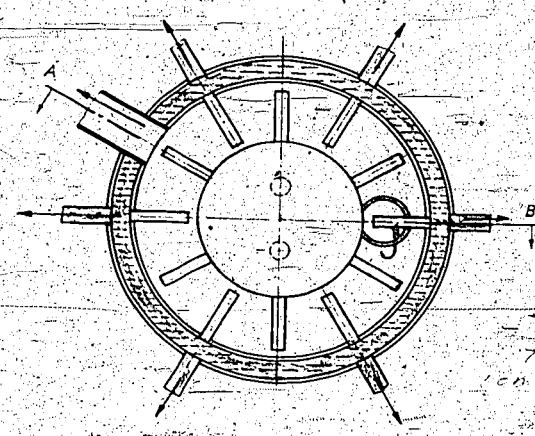
Zusammenfassung. Der Brabender-Plastograph wird im Kneterteil durchentwickelt, sodaß er thermisch einwandfrei ist. Erst durch Beseitigung der thermischen Fehler wird dieses Meßinstrument a) betrieblich brauchbar, b) bietet es Aussicht, für feinere Laboratoriumsmessungen eingesetzt werden zu können.-

gez. Tiedemann

Buer-Scholven, den 13. Mai 1943 Pa.

T-216

Section C-D
Schnitt C-D



Hollow shaft, V.L.C.
Möhlfachse aus V.L.C.
7 Löcher an der Rohrumfang
7 rows of holes
on circumference
of tube

Blechwände
sheet metal
walls

central drive
Kegelräder

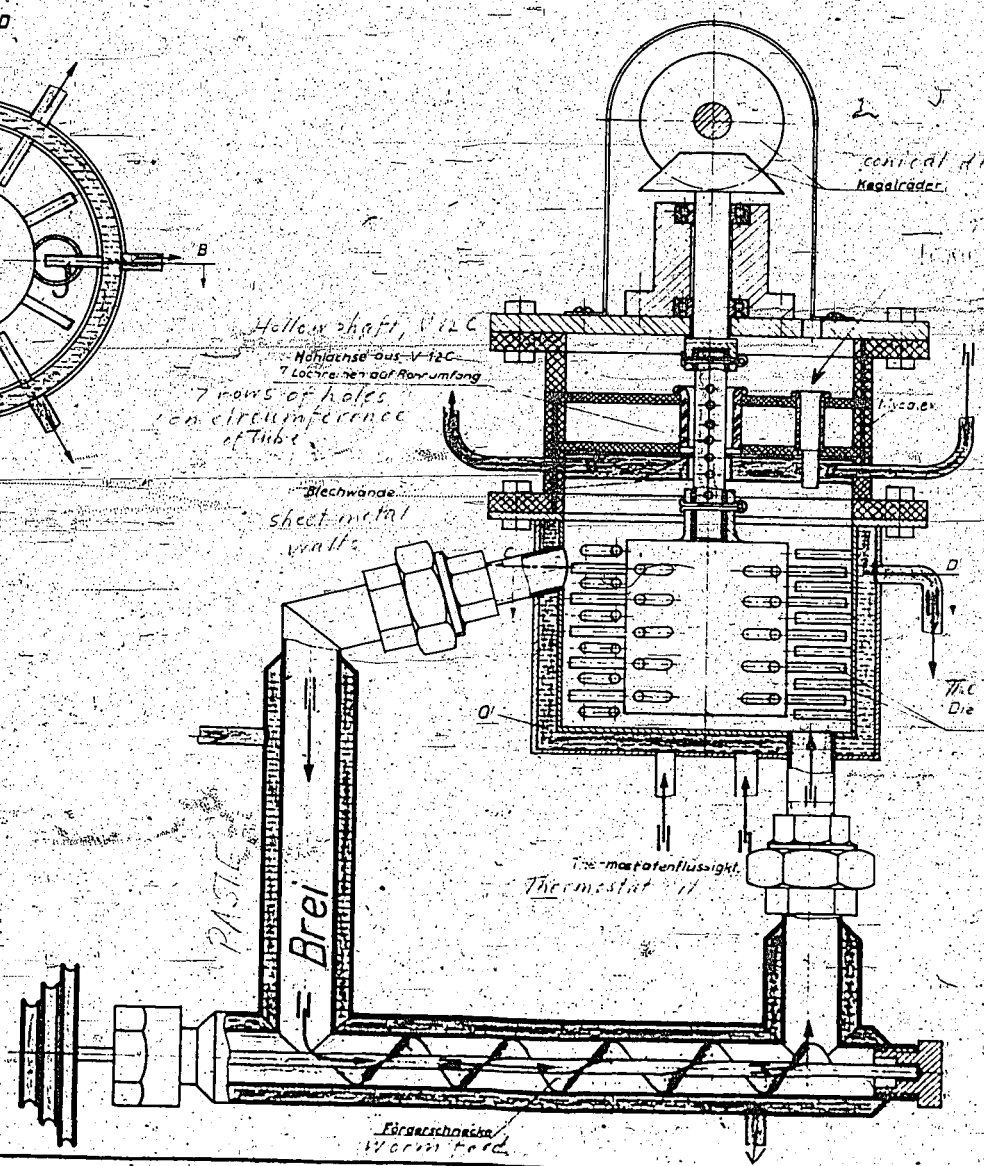
Thermostat

upper heating
Oberheizung

The 6 rows of rods sit at 60°
Die 6 Stifstreifen sind zu 60° versetzt
auf dem Umfang angeordnet
upon the circumference

Thermostatenflüssigkeit
Thermostat

Schnitt A-B



Make Tracing

Hydrierwerk, Scholven A.G.
Gelsenkirchen-Boer

Gels. Boer, den 18. 143

Plastograph

Ma/Scho 493-0

Loose Documents
File VII 70 C
7003457

U. S. BUREAU OF MINES
HYDRO. DEMON. PLANT DIV.

T-216

5/21/43

DETERMINATION OF CONCENTRATION OF PASTES
WITH BRABANDER PLASTOGRAPHS.

Operation controls have obtained a "Brabander Plastograph" for a continuous supervision of the paste produced. Principle and Nomenclature. This apparatus is intended for the continuous measurement of the quasi-viscosity of a branched stream of the paste.

Under certain conditions there exists a connection between the quasi-viscosity and concentration, in that the viscosity and concentration, in that the viscosity of more concentrated pastes is higher. The special conditions in our case are the following:

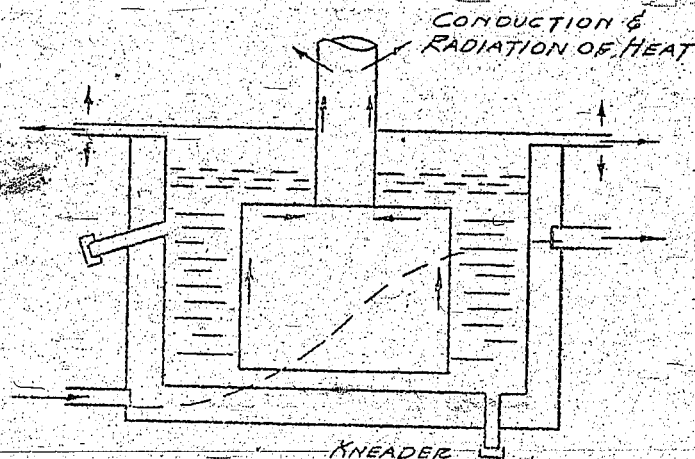
- 1) Viscosity must be always measured at some definite constant temperature, (as in the case of true viscosity).
- 2) the size distribution of the pasted powder must remain constant.
- 3) the viscosity of the pasting oil used must remain unchanged.
- 4) no separation of the components must take place during the measurements.

In the preliminary experiments run, only the last three requirements were approximately adhered to. The requirements of a constant temperature were not met however, for reasons to be given below, in spite of the use of thermostats. A constant temperature must be considered as a principal requirement in all viscosity determinations, and especially so with substances such as our pastes. A paste at 50° C is four times as viscous as at 70°, i.e. very small changes in temperature result in enormous changes in viscosity. This experimental error had to be definitely eliminated before even thinking about further investigations.

With regard to nomenclature, we should mention, that the name "plastograph" is somewhat misleading. What is meant, is an instrument for measurement of higher viscosities.

Description of the Plastograph (Original Form). A roller is rotated at a constant speed of 56 r.p.m. in a pot with the paste (the kneader), 19x15 cm in size. A larger resistance (and therefore also a greater sensitivity) is obtained by staggering teeth on the outside of the roll and the inner surface of the pot. When used for operation control, the paste was made to pass through the pot upwards through two nipples; for laboratory testing, these nipples are closed with caps. (fig. 1)

011a



PLASTOGRAPH OIL MODEL
SCHEMATIC

FIG. 1

Heating is done in an all filled thermostat of the Hoppler type.

The rotational resistance (which is proportional to viscosity) is measured by means of a so-called electro-dynamometer connected with the pot over two ball bearings by means of a coupling (fig 2, No. 8). The dynamometer consists of a synchronous motor, 1, mounted on a swinging suspension. All resistance met by the teeth of the kneader inside the paste will be manifested as a force in the casing of the motor, and it will tend to rotate the housing in a direction opposite the direction of rotation of the anchor. These moments of rotation, damped by an oil damper, 4, are transferred by means of a system of levers (5) to the measuring part (5, 6). Several large weights (7), which serve as initial load, permit extending many fold the range of measurements.

0116

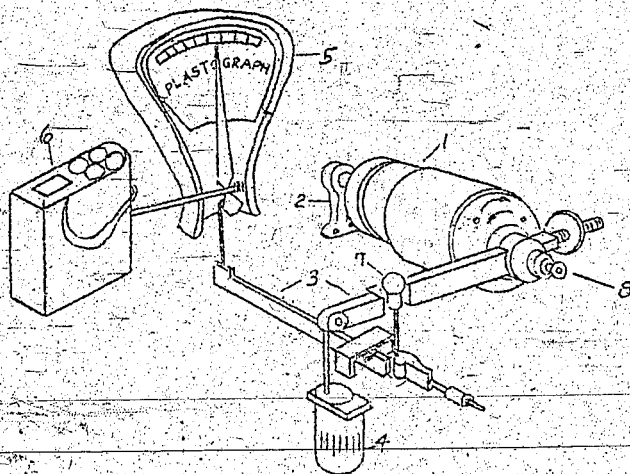


FIG. 2 ELECTRODYNAMOMETER FOR
PLASTOGRAPH

The elegant and accurate electro-dynamometer has not been changed by us in its essential parts; the thermal inadequacy of of the kneader caused us to make extensive changes in it. Viscosity values were found to vary widely, whenever a draft of air was produced. The reason for it can be found in the following facts of physics: the well conducting metal parts protruding out the paste, "suck in", under the changing outside conditions, varying amounts of heat from the paste, always more at first than furnished by the heat supply of the thermostat. There will be a temperature drop inside the mass of the paste. The parts adjoining the metal, in particular the toothed roll, will be especially strongly affected.

Constant conditions for viscosity evaluation might conceivably be produced by immersing the whole apparatus into a thermostat, say an air heated glass box. For some important reasons, the outside temperature will mostly be way below the thermostat-temperature. In this case we would deal not with a static, but dynamic temperature equilibrium, i.e. the drop in temperature would remain, but would become constant. This means that determining the average temperature of the paste to establish a definite connection between temperature and viscosity, especially if the latter is expressed in absolute units is extremely difficult.

The location of the inlet and outlet nipples for the circulation of the oil through the thermostat proved to be an other source of errors. They were of the form shown in fig. 1, as frequently found on apparatus. A heat sensitive lacquer showed that the zone underneath the S-shaped broken line was practically unheated, because oil simply choose the shortest way.

Plastograph (New Form)

A connection was accordingly made shown on fig. 3, (also on the large scale sketch, fig. 4): there are three inlet and outlet nipples in the thermostat. Two of them operate upon a nipple introduced at the bottom of the pot. From these the oil is symmetrically distributed above the hollow bottom and over the whole hollow side wall in six segments spaced at 60°.

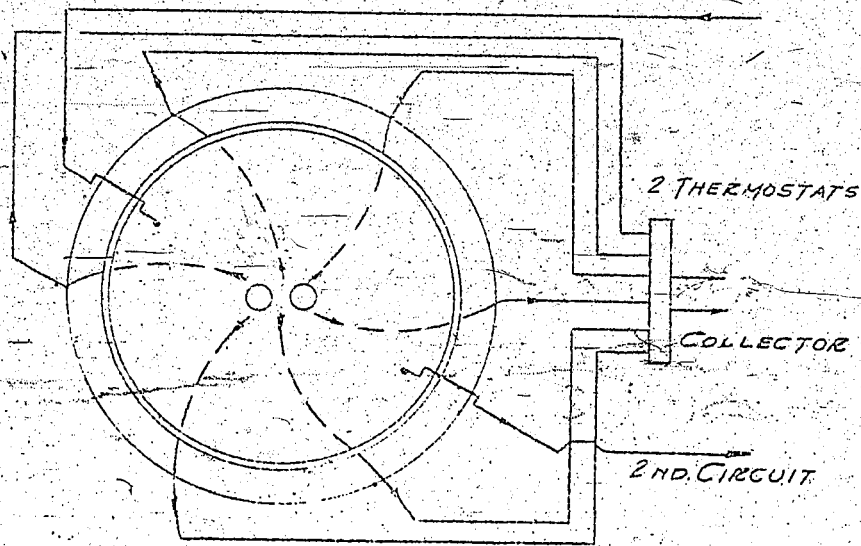


FIG. 3. PLASTOGRAPH, NEW MODEL.
SCHEMATIC CONNECTIONS OF HEATING
OIL CIRCUIT

0.11.4

Outlet nipples distributed over the periphery conduct the oil through six hose connections into a glass collector with two outlets. The third thermostat connection is used to pass oil through a hollow metallic disk on top of the paste. In this way the only surface of the paste still remaining free was almost completely covered with a "top heating".

The heating oil was led in through a perbunan/perduran hose. This material is resistant to oil, and withstands long heating to 150°.

The principal change in addition to the ones above was the introduction of heat dams between the kneader and the retaining plate, as well as between the toothed roll and the power transmission. For the first task, we used the plastic "Mycelax" composed of powdered lead borate glass and powdered talc, which can stand a long time heating to over 300° C (being of purely inorganic composition) and which behaves largely like a metal when worked; the shaft of the toothed roll was made of V120 steel with a wall thickness of 1 mm, the weight of which was greatly reduced by a large number of holes, (an other shaft made of fused alumina with metallic end clamps is at present being made). The heat conductivity of V120 is 5 times smaller, than cast steel. The heat damming parts are shown in Fig 4.

As a result of these precautions, one discharge with its corresponding heat radiation is largely avoided, so that each point of the paste is at the same temperature, almost identical with the oil heating.

In addition, a heated by-pass for the kneader was introduced in the kneader. This heated bypass, aided by a worm drive, produces slow circulation in opposite direction to the gravitational field, and prevents thus settling out of the paste, or a separation of the solids. The kneader consists of metal, and is surrounded by a wooden box, filled with glass wool. The oil inlet and outlet hose connections are combined into bundles and wound with asbestos cords.

Preliminary Thermal Experiments. The success of this careful work was striking. It has been found that there was in fact no relationship with the outside temperature, and that the paste assumed very closely the temperature of the oil bath. The figures below were obtained for the purpose of comparison the old with the new models.

Old Arrangement:

oil	67.5	72.5	76.1	82.2	87.0	93.5	97.5	102.8	108.0	132.5°
paste	62.2	66.0	69.0	72.1	78.0	83.0	88.0	92.0	96.0	120.5°
d	-5.3	-6.5	-7.1	-10.1	-9.0	-10.5	-9.5	-10.8	-12.0	-12.0°

0112

New Arrangement:

oil	72.0	77.8	82.6	87.7	94.5	99.0	103.5	108.1	113.5°
paste	72.2	77.4	82.2	87.0	93.5	97.8	102.3	106.9	112.0°
d	+0.2	-0.4	-0.4	-0.7	-1.0	-1.2	-1.2	-1.2	-1.5°

The difference in temperature in two comparable measurements was up to 12° with the old model, and 1.5° by the new. Even this unimportant difference should disappear when the fused corundum shaft is introduced.

It is surprising, how little these thermal sources of error are recognized elsewhere. This fundamental error is present in a viscosimeter made by one of the leading apparatus manufacturers and introduced by them with considerable propaganda.

Connection with the absolute system of measurements. The scale of the plastograph reads in 0 to 1000 g (with additional weighing of the electro-dynamometer even larger values), and this measures the resistance acting on the circumference of the toothed roll. These figures must be expressed in viscosity terms on the absolute scale. For this purpose very viscous transparent synthetic oils supplied by the I.G. Co. were measured in a Satz Ubbelohde viscosimeter, which permits direct measurements in the absolute system and was used for the standardization of the plastometer. The points obtained gave us the calibration curve (Brebender scale in centistokes).

Measurements of Paste. Measurements of viscosity of coal pastes showed, that when changes in concentration were quickly produced, the viscosity depended enormously on the concentration. It is not however true, that a certain viscosity corresponds to a certain concentration. Nor can this possibly be true, because years of observation have shown, that the fineness of grinding, measured by passing through a 10,000 mesh (0.06 mm), varies very greatly during a time interval of 24 hours. This must be attributed to the variations in the structure of the coal. Moreover, the second requirement, of a uniformity of the pasting oil, is not strictly met, because of variations in the solids and asphalt in it.

Measurements of viscosity are never the less of interest in operation, because the errors to be observed are usually great, while changes in the fineness of the grind and in the composition of the pasting oil are continuous in character.

In actual practice this would result in slowly rising and falling viscosity curves, with irregularities in some parts. These irregularities call the attention of the operating department

oil

to some irregularities in the coal or oil supply.

Conditions are still more favorable with the soda and ammonium chloride pastes, because the fineness varies there less, the material as delivered being more uniform.

Additional Information. Should we compare viscosities of the Scholven and Gelsenberg pastes, we will be struck with the enormous drop between 50 and 70° in the Scholven curve, a behavior not shown by the Gelsenberg paste. The difference is probably caused by the high asphalt content of the Scholven coal paste. It is very probable, that with accurate data some interesting relationships will be discovered.

Summary. A kneader is developed in the Brabender plastograph, which corrects the thermal uncertainties. Only after such thermal errors have been eliminated can this instrument be a) useful in operation control, and b) offer promise of becoming adapted for finer laboratory measurements.

/s/ Fiedemann

Buer-Scholven May 13, 1945

W. H. Sternberg

011g

Es erscheint daher in jedem Falle ratsam, die Wichtigkeit der Paraffinherstellung in der deutschen Erdölraffinerie aus chemischer Hinsicht zu betonen, da aus den Paraffinresten des Leichtbenzols schätzungsweise vielleicht 50.000 t pro Jahr berechnete 2,5 t n-Paraffin zu gewinnen wären. In Deutschland wird alles Paraffin aus der Erdölraffinerie hergestellt, in Deutschland hat es sich die Erdölindustrie bislang nur mit der Entparaffinierung zum Zweck der Schmierölerzeugung beschäftigt und sich für die Verwertung der Paraffine nicht interessiert. Bei den sehr verfallenden Paraffinmengen, die aus dem Gesamtanfall der Paraffine zu gewinnen werden können, muss die Prüfung dieser Frage als dringlich angesehen werden.

7. Es sind auch die Anforderungen unter dem Namen der Paraffin-Verwertung die Anforderungen der Paraffinoxidation zu Gas, welche die Verwertung der Paraffine zu einem Gas, welches zur Erzeugung von Wasserstoff und Sauerstoff geeignet ist, ermöglicht.

Andererseits ist von Seite, für den Fall, dass die besprochenen Maßnahmen nicht zu einem vollen Erfolg führen, schon mit einem geplanten die Anlagen durch Aufstellung weiterer Filter zu verbessern. Das schäuferte bislang daran, dass das schon benutzte Eisenkontingent für die Filter 11 und 12 wieder zurückgegeben und erst kürzlich wieder freigesetzt wurde, während die Sauerstoff-Erklärung für die Filter 13 und 14, die vorläufig seit längerer Zeit der RWV verbleibt, bisher noch nicht genehmigt wurde. Ausgehend beabsichtigt die Erzeugung von Sauerstoff-Erklärung für 6 weitere Filter vorzulegen. Es erscheint zweckmäßig, diese Filter auf jeden Fall zu bestellen, da sie bei anderweitiger Erreichung der vollen Produktion in Zeiten vorteilhaft in Entparaffinierungsanlagen, z.B. in der Erdölraffinerie, eingesetzt werden können.

Experiments for Improving
Paraffin Production in Zeitz
Ludwigshafen, 9 November 1942

Besides low filter yield in the deparaffining plant at Zeitz, a second difficulty, that of deterioration of the paraffin in the transition from the former MTH-conditions (Medium temperature hydrogenation) to the TTH operating method (low temp. hydr.) was observed. It is probably difficult to find an operating method (Fahrweise) satisfactory all around, because with TTH, even though the paraffin content of the product is high enough to meet the required production and the filter yield, according to Zeitz reports, is satisfactory and sufficient for working up the production, the paraffin is too oily for oxidation in the fatty acid plants and, furthermore, high pressure hydrogenation produces too little diesel oil. On the other hand, with MTH the paraffin is good, the filter yield is sufficient for processing the production, although below the theoretical, and diesel oil production is satisfactory, but most of the machine oil production is eliminated, which is unsatisfactory to the Reich Economics Ministry, and the paraffin in the cold catch pot residue is not enough to cover requirements.

The too low filter yield and the insufficient de-oiling of the paraffin in Zeitz are phenomena entirely independent of each other. It may be expected, however, that with an improved filter yield, the paraffin can also be better de-oiled. For this purpose, the following experiments are under way or projected:

Ludwigshafen is conducting small scale tests to find out whether the quantity of filter aid used in Zeitz is sufficient, whether the filter aid is not partially destroyed in the recycling or is too greatly deteriorated by harmful by-products produced in distillation, whether a greater make-up filter aid addition will not produce material improvements in the recycle operating method, and whether other filter aids could be used in place of Paraflow.

Large scale experiments are to be made in Zeitz on the effectiveness of filter aid as soon as the two new filter units are installed. In addition, Ludwigshafen suggests that the kind and quantity of filter aid be varied now during the operation of the present filters and that dosing pumps be installed for this purpose, whereby much time could be saved, compared to the present method of admixture to large tanks.

Experiences in Iltzendorf have shown that the volume of the filter cake can be very much reduced by adding the optimum quantity of filter aid to distillate oil, whereby the porosity of the cake for wash-propane is considerably increased. The application of a strong propane wash has recently produced exceptionally favorable results with residue oil. To maintain a thin cake the filter rotation can also be increased. By this method former filter yields were considerably increased in the processing of residue oil. With distillate oil the effect is satisfactory even though not quite as great.

014a

Accordingly, the following is to be tried in Zeitz, where the filter cake tends to dry out and form cracks, which make the effectiveness of a propane wash questionable:

- increase the filter r.p.m.,
- strengthen the propane wash,

if need be by installing other spraying devices, for which Ludwigshafen has already made suggestions, and decreasing the run-off of the wash filtrate.

Furthermore, an additional propane drying unit is to be installed, based on past experience that the washing nozzles are easily plugged by ice crystals. An increase in the propane wash capacity there was made possible only by the installation of such a drying unit.

The problem of improving the paraffin, which has been unsuitable for oxidation to fatty acids, has been examined in two directions. First, subsequent refining in Ludwigshafen has shown that satisfactory paraffin may be obtained thereby, i.e. that the TTH-paraffin is inherently good and made inferior only by the high oil content, which may be considered an argument for a simultaneous improvement in the paraffin by an increase in the filter yield, be it by means of filter aid, stronger propane wash, or both.

On the other hand, refining the TTH-paraffins with H₂ under pressure has been investigated in small scale experiments in Ludwigshafen. It was found that with catalyst 7846W a good oxidizable paraffin can be obtained with a max. loss of 20% in paraffin. An experiment on a semi-industrial scale for more accurate tests is proposed for Ludwigshafen in November. Other small scale experiments are under way to determine whether the use of catalyst 7846W, in place of catalyst 5058, already causes such an improvement in the cold catch pot product (Abstreifer) in the TTH operating method that subsequent paraffin refining becomes superfluous. With positive results, we could then run directly to the greatest possible lubricating oil and paraffin yield in the TTH process.

According to statements made by Dr. Altpeter in the discussion in the Reichsamt on the 1 October 1942, the paraffin requirement will reach 5700 t/month on completion of the fatty acid plant at Heydebreck, namely:

1700	t/month	at	Oppau
1700	"	"	Magdeburg
2300	"	"	Heydebreck

Of this, 3300 t/month is to be supplied by Zeitz and 1500 t/month by Espenhain, or a total of 4800 t/month, so that even with the full Zeitz capacity there would be a deficiency of 900 t/month of paraffin.

Therefore, it appears advisable in any case to investigate the possibility of paraffin production in German petroleum refineries very closely, since an estimated 50000 t/ann, corresponding to 4000 t/month, of paraffin could be recovered from the paraffinic residue (Gatsch) from light oils. In the U.S.A. all paraffin is produced from paraffinic residues from petroleum. In Germany, the petroleum industry had, up to the

0146

present time, concerned itself solely with deparaffining for the purpose of lubricating oil production and was not interested in de-oiling the paraffinic residus. With the large quantities of paraffin recoverable from the paraffinic residus in the oil refineries the examination of this problem must be considered very urgent.

On the other hand, Zeitz has long ago planned to enlarge its plant by installing more filters in case the measures discussed should not be entirely successful. This plan was frustrated by the fact that the iron required for filters 11 and 12 has not been made available until just recently, while the building permit for filters 13 and 14 has not yet been granted. Furthermore, Brabag proposes to ask for a building permit for 6 additional filters. It appears proper to order these filters in any case, because, if full production in Zeitz can be achieved in some other way, they can be used to advantage in deparaffining plants in the petroleum industry, for example.

/fkp

o/hc

Chemie der Asphalte. (Literaturzusammenstellung)

Asphaltbitumina sind kolloide Systeme, in denen die Asphaltene (Hartasphalt), die Disperse und die Malthene (ölige Bestandteile) die kontinuierliche Phase bilden. Es handelt sich bei den schwerlöslichen Anteilen der Asphalte nach Nellensteyn nicht um Kohlenwasserstoffe in gegenseitiger Lösung, sondern um dispergierten Kohlenstoff in Öl. Zwischen den Ölanteilen der Asphalte und den schwerlöslichen Anteilen bis zum freien Kohlenstoff besteht ein lückenloser Übergang. Das Molekulargewicht wächst stetig an und das System geht von der ersten Lösung über die kolloidale Verteilung bis zu grobdispersen Anteilen gleichmäßig über. Die Erdölharze bilden die erste Übergangsstufe von den Erdölkohlenwasserstoffen zu den Asphalten. Sie finden sich in geringerer Menge bereits vorgebildet in den meisten Mineralschmierölen. Größere Mengen bilden sich bei der Oxydation der Öle mit Luft. Im Gegensatz zu den Schmierölen sind sie in Aceton nur wenig löslich. Durch weitere Oxydation bilden sich aus den Erdölharzen die Asphaltene, die in Benzin unlöslich sind. Aber auch unter Luftausschluss können sich bei längerem Stehen die Asphaltene bilden. Charakteristisch für die Asphaltene der Naturasphalte ist der hohe Gehalt an Schwefel.

Soweit überhaupt die Asphalte auf die chemische Zusammensetzung untersucht sind, sind es in erster Linie die natürlichen Asphalte, die Erdölrückstände und die Crackrückstände.

Je älter die Asphalte sind, um so mehr schwerlösliche Bestandteile enthalten sie. Oxydative Veränderungen führen zur Vermehrung der Hartasphalte. Das Verhalten der Erdölrückstände bei der Oxydation ist ähnlich dem bei der Destillation. Bei verschiedenen aus dem gleichen Erdöl hergestellten Bitumen sind mit steigendem Schmelzpunkt die Hartasphalte beständig und es tritt eine Anreicherung derselben auf Kosten der Weichasphalte, Harze und paraffinfreien, öligen Anteile ein. Im Gegensatz zum Destillationsprozeß nehmen bei der Oxydation mit steigendem Schmelzpunkt der Asphalte die Weichasphalte ab, während die Harze bis zu einem gewissen Schmelzpunkt ansteigen und dann wieder abnehmen. Bei der Oxydation werden demnach die Weichasphalte in Hartasphalte, die paraffinfreien öligen Anteile in Harze und diese wieder in Hartasphalte übergeführt.

Das Paraffin, das sich in einem Bitumen bei der Destillation oder Oxydation befindet, greift nicht in den Prozeß ein, sondern bleibt in kolloidaler Lösung im Bitumen.

Über den chemischen Aufbau und über die Beziehungen zwischen chemischer Konstitution und physikalischen Eigenschaften der Naturasphalte und der bei der Destillation von Erdöl bleibenden Rückstände ist fast nichts bekannt. Der Grund dafür ist darin zu suchen, daß es sich bei den Erdölrückständen um die chemisch schwersten zugänglichen Erdölbestandteile handelt, die sich mit den üblichen chemischen Methoden kaum trennen und analysieren lassen. Bei den Kohlenwasserstoffen, um die es sich bei den Asphalten und Erdölrückständen in erster Linie handelt, nimmt der Unterschied im Siedepunkt mit steigendem Molekulargewicht immer mehr ab, die Zahl der Isomeren wächst dagegen außerordentlich stark. Auch die Neigung zu Polymerisationen und Kondensationen nimmt mit wachsender Kohlenstoffzahl zu. Die chemische Reaktionsfähigkeit der einzelnen Kohlenwasserstoffarten ist nicht sehr verschieden voneinander. Das Kohlenstoff-Wasserstoff-Verhältnis ergibt bei der Gesamtanalyse kaum einen nennenswerten Unterschied. Andererseits hat die Bestimmung einzelner Elemente zu gewissen Ergebnissen geführt; so sind die Erdölaspalte um so ähnlicher den Naturasphalten, je mehr Schwefel sie enthalten.

Aber auch dabei gibt es Ausnahmen.

Man wendet sich dagegen physikalischen Untersuchungsmethoden zu, so findet man hauptsächlich auf bestimmte Gebrauchszwecke ausgerichtete Verfahren (Erweichungspunkt, Tropfpunkt, Eindringungstiefe u. a. = Viskositätskennpunkte).

Als dritter Weg zur Erlangung von Kenntnissen über den inneren Aufbau der Asphalte kommt die kolloidchemische Betrachtungsweise. Danach ergibt sich, besonders auf den Arbeiten von Nellensteyn fußend, daß die Bitumina "kolloidale" Systeme sind, deren disperse Phase aus Kohlenstoff- oder hochmolekularen Kohlenwasserstoffkernen besteht, die an der Oberfläche niedermolekulare Kohlenwasserstoffe absorbiert haben. Diese disperse Phase ist in einem öligen Medium als Dispersionsmittel verteilt. Der Härtegrad hängt von dem Gehalt an Kernen bzw. öligen Anteilen ab und das rheologische Verhalten ist durch die Haftfestigkeit der einzelnen Bestandteile untereinander bedingt. Mit Hilfe von Fällungsmitteln oder durch chromatographische Trennung lassen sich die Bitumina in einzelne Stoffgruppen zerlegen, unter denen die Hartasphalte oder Asphaltene und die Harze und öligen Anteile oder Malthene die wichtigsten sind. Aus den Mengen der erhaltenen Gruppen kann man zu Schlüssen über den kolloidchemischen Aufbau des untersuchten Bitumens kommen. Durch Vergleich kann man auch Rückschlüsse auf andere Eigenschaften ziehen.

Die Naturasphalte haben eine ganz andere Zusammensetzung als die Erdölaspalte. Letztere haben einen viel höheren Gehalt an Hartasphalt und enthalten wenig Weichasphalt und besonders wenig Harze. Mit steigendem Erweichungspunkt nehmen bei den Erdölasphalten die Hartasphalte und die Weichasphalte zu und nur der Ölgehalt wird entsprechend geringer. Dabei fällt der Hartasphaltgehalt nicht der Gehalt an Öl entsprechend zu, sondern manchmal sogar noch niedriger wird, während Weichasphalt und Harze zunehmen.

ist verständlich, denn sonst müßte bei geringeren Werten für den Hartaspaltgehalt der Härtegrad automatisch zurückgehen. Es scheint weniger auf den Gehalt an einzelnen Anteilen, als auf das Verhältnis der Gruppenbestandteile zueinander anzukommen.

Die Gruppeneinteilung mit Hilfe verschiedener Methoden erzielt auch verschiedene Werte.

Die Zerlegung der Asphalte in diese Gruppenbestandteile sagt nichts über die chemische Konstitution aus. Die Identifizierung und Reindarstellung von Kohlenwasserstoffen aus dem Erdöl ist bisher nur aus niedrigsiedenden Fraktionen desselben gelungen. Bei den höher siedenden nehmen die Schwierigkeiten mit steigendem Molekulargewicht zu. Man ist darum dazu übergegangen, sich mit der Bestimmung charakteristischer Stoffklassen wie Aromaten, Naphthene, Paraffine, Olefine zu begnügen. Methoden, die hierfür in Frage kommen, sind die Watermansche Ringanalyse und einige neue in der Entwicklung begriffene physikalisch-chemische Verfahren, wie Ultraviolettabsorption und Raman-Spektrum.

Der Ringanalyse kann selbstverständlich nicht der gesamte Erdölrückstand zugänglich gemacht werden, sondern nur der Ölanteil. Die Zusammensetzung der übrigen Komponenten auf der das Ölanteils auf Grund der organischen Verbundenheit der einzelnen Komponenten und der Entstehung mindestens im Prinzip ähnlich sein. Außerdem ist die Erdölkomponente zahlenmäßig die größte.

Die Naturasphalte enthalten wenig Paraffine und entsprechend viel aromatische Ringe, so daß sowohl der Gehalt an Aromaten als auch der an Naphthenkohlenwasserstoffen die bei Erdölrückständen festgestellten Zahlen weit übertrifft.

Die asphaltbasierten Erdölrückstände nähern sich in ihrer Konstitution noch den Naturasphalten, so daß die Behauptung, je asphaltreicher die Rohöle, aus denen der Rückstand erhalten wurde, desto ähnlicher dem Naturasphalt, zahlenmäßig belegt ist. Je paraffinreicher das Rohöl ist, desto verschiedener ist der Aufbau des Rückstands von den Naturasphalten.

Die Erdöl-asphalte zeigen verschiedene Zusammensetzung je nachdem, ob sie asphaltbasierte Bitumina oder paraffinbasierte Bitumina sind. Erstere enthalten 40 - 50 % Gesamtringe und 50 - 60 % Paraffine und letztere 30 % Ringkohlenwasserstoffe und 70 % Paraffine. Dazwischen lassen sich die gemischtbasierten Bitumina einschalten mit 30 - 35 % Ringen und 65 - 70 % Paraffinen.

Zwischen der chemischen Konstitution und den physikalischen Eigenschaften lassen sich Beziehungen nachweisen. Die große Klebkraft der asphaltbasierten Bitumen ist eine Folge des hohen Gehalts an ringförmigen Verbindungen.

Das spezifische Gewicht der Erdölrückstände ist im allgemeinen um so höher, je asphaltbasischer das Rohöl war, aus dem er gewonnen wurde. Klarer wird das Bild jedoch, wenn man nur die spezifischen Gewichte der Ölligen Anteile betrachtet und eine Ordnung der spezifischen Refraktion ergibt eine Reihenfolge, die mit den Werten der Ringanalyse übereinstimmt.

Nach Abraham (Asphalte und verwandte Stoffe, 1929) haben die Hartasphalte (Asphaltene) polycyclischen Charakter von weitgehend naphthenischer Struktur.

Mack (Kolloidchemie der Asphalte, Colloid Symposium Monograph 10, 53 (1932)) spricht von polycyclischen Verbindungen, die Sauerstoff und Schwefel in Brücken oder Heterocyklen enthalten. Sakhanev und Tilichejew (Die Chemie und Technologie des Crackens, 1932) meinen, daß in den Asphaltene Naphthenderivate und andere kondensierte aromatische Ringsysteme vorliegen müssen. Nach ihrer Ansicht bilden sich beim Cracken der Asphaltene immer höher kondensierte Ringsysteme.

Hillman und Barnett führen dagegen an, daß die hochkondensierten aromatischen Kohlenwasserstoffe nicht in den Lösungsmitteln löslich sind, in denen sich die Asphaltene lösen. Sie schließen daraus, daß sowohl Destillationsasphalte wie auch die aus Spalt-rückständen nicht so hochkondensierte Ringsysteme enthalten, obgleich der Gehalt an aromatischen Verbindungen größer ist. Beim Cracken zerfallen die kondensierten Systeme in einfachere, was sich in solchen rheologischen Eigenschaften des gekrackten Materials bemerkbar macht, die nur auf ein höher dispergiertes lyophiles Kolloid zurückzuführen sind.

Die Asphaltene lassen sich nicht ohne weiteres sulfurieren, denn diese sind durch adsorbiertes Öl geschützt. Erst nach Extraktion können die gereinigten Asphaltene sulfuriert und in wasserlösliche Produkte übergeführt werden.

Gekrackte Malthene können auch sulfuriert werden, nicht aber die ungekrackten. Das heißt, daß die ungekrackten Malthene ganze Paraffinmoleküle und auch Paraffinketten als Seitenketten von Aromaten und Naphthenen enthalten, die gekrackten Malthene aber keine freien Paraffinmoleküle mehr haben.

Alle Bestandteile des gekrackten Rückstands (außer Carbonen und Carboiden) sind chemisch eng miteinander verwandt und sind aus einfacheren Bausteinen aufgebaut.

Eine Theorie der Struktur dieser Bitumenbausteine muß das in Betracht ziehen, was über die nächsten Verwandten, d.h. über das schwerste Schmieröl, bekannt ist. Das Bureau of Standards hat festgestellt, daß die schweren Schmieröle hauptsächlich Naphthene und Aromaten enthalten mit einem Ring oder mehreren kondensierten Ringen mit oder ohne paraffinische Seitenketten.

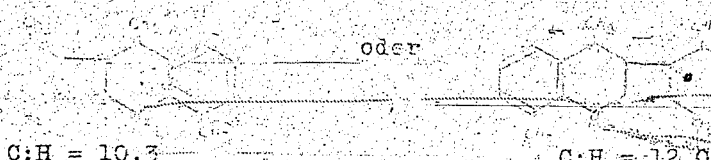
Es wird allgemein angenommen, daß die am wenigsten lösliche gekrackte Fraktion keine langen Seitenketten enthält. Das C:H-Verhältnis ist bei diesen Fraktionen nicht hoch genug, daß sie hochkondensierte Ringsysteme angenommen werden könnten, wie sie dem Molekulargewicht entsprechen würden. Es müssen daher Einheiten von relativ kleinen Ringssystemen angenommen werden, die aneinandergekettet sind. Das geht aus dem Molekulargewicht und dem C:H-Verhältnis hervor.

	Molekulargewicht	C:H
Decacyclen	450	24,0
Spaltasphalt	700-800	13,5
Destillationsasphalt	2400	11,1

Aus der Ähnlichkeit der Bromide und Sulfonate der verschiedenen Fraktionen läßt sich schließen, daß die Bausteine, die die größeren Moleküle bilden, auf wenige ähnliche Typen begrenzt sind.

Der Vorgang, der sich beim milden Cracken abspielt, ist ein Zerbrechen der ausgedehnten Strukturen in kleinere Bruchstücke. Außerdem werden die Seitenketten abgespalten (CH₄-Bildung) und eine leichte innere Dehydrierung tritt ein, wobei in geringen Mengen H₂ frei wird. Manche Crackprodukte sind nicht nur weniger aliphatisch in Charakter, sondern auch höher kondensiert, so daß die Schwerlöslichkeit mancher Fraktionen damit erklärt ist. Es ist nicht ausgeschlossen, daß eine Depolymerisierung der erste Schritt beim Cracken ist. Dann tritt Abspaltung der Seitenketten ein. Es folgt daraus, daß sich Destillations- und Crackasphalt nur in Molekulargewicht, Dichte und Länge der Seitenketten unterscheiden. Die geringere Löslichkeit des Crackasphalts gegenüber dem Destillationsasphalt kann sich auch auf den geringeren Gehalt an Paraffinen und paraffinischen Seitenketten zurückführen lassen. Die kleinen Mengen schwererer Fraktionen (Carbene und Carboide) werden den oben beschriebenen Kondensationsreaktionen zugeschrieben.

Demnach kann man sich die Struktur der Asphaltene folgendermaßen vorstellen:



Es werden in den Destillations-Asphalten längere Seitenketten vorliegen. Beim Cracken werden die Seitenketten abgespalten, außerdem kann eine Kondensation eintreten.



Gleichzeitig wird der Naphthalenring dehydriert.



Dieses Beispiel zeigt ein verhältnismäßig langes Molekül; es ist anzunehmen, daß im Asphalt gebaltene Verbindungen vorliegen, wofür auch die rheologischen Eigenschaften sprechen. (Refiner 16 (1957) 362).

Gen. Hontels

Verfahren zur Gewinnung von Hart- und Weichasphalt des Ebanos-Bitumens (Mexiko)

Veränderungen in den Gruppen der Hart- und Weichasphalts des Ebano-Bitumens (Mexiko)
 durch Destillation und Oxydation
 changes in the classes of materials produced by distillation and oxidation of hard and soft asphalt of the Ebano bitumen (Mexico).

	Distillation					Oxydation				
	Schmelzpunkt Kramer-Sarnow m. 1°C Aufstieg					Schmelzpunkt Kramer-S. 10W m. 1°C Aufstieg				
	35°	45°	53°	60°	70°	85°	115°	100°		
Asphalt:	16,8	17,6	18,35	19,3	19,9	30	33,7	36,8		
Hart- hard	20,8	24,2	28,95	31,2	33,0	8	7,7	16,7		
Weich- soft	22,4	20,75	18,1	18,0	17,0	29	27,6	18,5		
Paraffin Resins	29,2	36,7	33,0	29,87	27,0	32,1	30,2	27,14		
Paraffin free oil proportion	1,06	1,11	1,17	1,22	1,16	-	-	-		
Veränderungen bei den Asphalten:										
Hart- hard asphalt	+0,8	+1,55	+2,5	+3,	+3,	+13,2	+16,9	+20,0		
Weich- soft	+1,4	+8,15	+10,4	+12,3	+12,3	-12,8	-13,1	-13,8		
Veränderungen bei den Paraffin Resins										
paraffin free oil constituents	-1,65	-4,3	-4,4	-4,5	-4,5	+6,6	+5,2	-3,9		
paraffin free oil constituents	-2,5	-6,2	-9,3	-11,4	-11,4	-7,1	-9,0	-12,1		

(Mannheimer, Petroleum 23 (1932) Nr. 16)

620

Hochdruckversuche Lu
Lu 558

6.11.1942. ch. 5

Zurück an
Vorzimmer Dia. Dr. Pler

Oberbach u. Pauer: "Über die Zusammensetzung von
Erdasphalten."

S. 70: Elementaranalysen von Asphalt Ebano N9
und seinen Komponenten.

	Ebano N 9	Erdölanteil	Erdölharz	Asphaltcharz	Hartasphalt
Kohlenstoff %	82,93	83,87	82,76	83,01	78,51
Wasserstoff %	10,38	12,00	10,07	9,29	7,36
Schwefel %	6,20	4,27	6,74	7,25	14,07

Übersichtstabelle I: Elementaranalysen u. Zerlegung (nach Pöll)
einiger Bitumina.

	Deutsches Bitumen	Galizisches Bitumen	Russisches Bitumen
Kohlenstoff %	85,87	87,13	85,68
Wasserstoff %	10,31	10,60	11,43
Schwefel %	1,13	0,71	0,51
Rest %	2,69	1,56	2,38
Erdölanteil	44,05	42,71	37,73
Ölharz	34,35	23,37	37,77
Asphaltcharz	19,18	22,67	23,67
Hartasphalt	2,24	11,05	0,83

Elementaranalysen u. Zerlegung (nach Pöll)
einiger Naturbitumina.

	Gilsonit USA	Trinidad	Boeton
Kohlenstoff %	87,54	86,11	81,12
Wasserstoff %	10,76	10,87	9,32
Schwefel %	1,45	2,74	5,87
Rest %	0,25	0,28	4,49
Erdölanteil	0,75	20,04	22,98
Ölharz	0,67	25,22	49,96
Asphaltcharz	64,19	46,44	19,02
Hartasphalt	34,39	8,93	7,24

021

207821

Ring analysis
Ringanalyse

Chromatographic separation
Chromatographische Trennung

	Chromatographic separation Chromatographische Trennung				D 20	20 °C	AP	Aro- matics %	Naph- thenes %	Paraf- fins %	E/O- ratio	Origin Herkunft
	Oils Öle %	Hard asphalt %	Soft asph. %	Wach- asph. %								
Natural asphalt Naturasphalte:												
Selenizza	21,6	46,1	22,8	19,1	0,9755	1,5395	62,2	27,7	39,5	32,8	1,580	
Trinidad	20,9	49,3	19,1	18,1	0,9650	1,5307	64,4	23,9	43,0	33,1	1,593	Trinidad
Derna	44,8	27,9	18,1		0,9400	1,5161	88,5	6,1	44,8	49,1	1,696	Hungary
Petroleum asphalt Erdölasphalte:												
M 200	40,0	12,4	31,6		0,9421	1,5220	35,0	16,6	29,3	52,1	1,659	Mex. asph. Lab.
K 65	-	-	-	-	0,9377	1,5190	98,3	15,4	27,2	57,4	1,711	Spain
K 150	36,9	11,1	34,2	11,1	0,9363	1,5182	95,0	13,7	28,8	57,5	1,712	"
V 65	43,8	10,7	27,3	10,7	0,9337	1,5170	106,1	14,2	25,8	60,0	1,703	Venezuela
V 200	47,8	9,4	23,4	9,4	0,9342	1,5168	101,7	10,9	28,9	60,2	1,700	German asph. base
D I 200	40,7	7,2	31,5	7,2	0,9374	1,5200	102,1	15,4	24,4	60,2	1,738	"
D II 150	34,9	5,9	37,0	5,9	-	-	-	10,5	25,7	63,8	1,720	"
D IV 200	39,1	7,2	31,8	7,2	-	-	-	4,7	22,7	72,6	1,700	Arab. base
D III 50	41,9	7,2	32,5	7,2	-	-	-	5,5	21,6	72	1,800	"
G 50	39,5	5,4	34,6	5,4	0,9200	1,5129	121,3	6,4	17,6	76,0	1,750	Estreñicia

This table presents the results of investigation of some natural and petroleum asphalts.

Die Tabelle gibt die Untersuchung einiger natürlicher und Erdölasphalte.

Sie ist nach wachsendem Paraffingehalt geordnet.

(Grader, Öl und Kohle 33 (1942) 867).

It is arranged in order of increasing paraffin content.

T-397
-5a-

022

High Pressure Experiment Section
In 558

E. N. Starbuck
7-20-47

November 6, 1942

CHARACTERISTICS OF THE ASPHALTS.
(Review of literature)
M. Pierre files.

Asphalt bitumens are colloidal systems in which the asphaltenes (hard asphalt) form the dispersed phase, and the maltenes (oily constituents) are the dispersion medium. According to Hellensteyn, the difficultly soluble asphalt are not hydrocarbons in mutual solution but carbon dispersed in oil. There exists a continuous transition series between the oily constituents of the asphalt to the free carbon. The molecular weight increases steadily and the system passes uniformly from solutions through colloidal dispersions to coarsely dispersed particles. Mineral oil resins form the first transition stage from petroleum hydrocarbons to asphalt. In small proportions they are already present in most lubricating mineral oils. Larger amounts of them are formed during the oxidation of the oils in the air. Unlike the lubricating oils they are but little soluble in acetone. The asphaltenes are formed by further oxidation of the petroleum resins, and they are insoluble in benzol. Asphaltenes may however be formed without the presence of air. The high sulfur content is characteristic for the asphaltenes of the natural asphalt.

From the standpoint of chemical composition, asphalt may be subdivided into natural asphalt, petroleum residues and cracking residues.

The older the asphalt, the more they contain of difficultly soluble constituents. Oxidation changes result in an increase in the hard asphalt contents. The oxidation behavior of the petroleum residues is similar to their distillation behavior. In the different bitumens produced from the same mineral oil, the higher melting point asphalt are stable, and they become enriched at the cost of the soft asphalt, resins and the paraffin free oil constituents. Unlike the distillation process, the soft asphalt decrease during oxidation as the melting points rise, while resins increase up to a certain melting point, and then decrease. The soft asphalt are therefore converted during oxidation into hard asphalt, the paraffin-free constituents into resins, and the latter are in turn converted into hard asphalt.

The paraffin present in the bitumen during the oxidation or distillation does not enter into the process, but remains in a colloidal dispersion in the bitumen.

Almost nothing is known about the chemical structure and the relationship between the chemical composition and the physical properties of the hard asphalt and the residues obtained in distillation. The reason for it is that in the distillation residues we are dealing with the most difficult constituents of petroleum to study chemically, because they can hardly be separated and analyzed by the usual chemical methods. Hydrocarbons are the principal constituents of asphalt and the petroleum residues, and as the molecular weight rises, the differences in the boiling point decrease, while the number of the possible isomers increases tremendously.

The tendency to polymerize and to condense also increase with increasing number of carbon atoms. The chemical reactivity of the different kind of hydrocarbons is not very different. There is no great difference in the proportion of carbon to hydrogen determined by chemical analysis. On the other hand, the determination of the individual elements has brought certain results. Thus, petroleum asphalts have been found the more similar to natural asphalts, the more sulfur they contain. But there are exceptions even to this rule.

Should one use, however, physical methods of testing, one would find processes particularly suitable to certain increased applications (softening point, drop point, penetration, and other characteristic viscosity properties.)

Colloid chemical methods of study furnish us a third means for acquiring information on the ultimate make up of the asphalts. They inform us, chiefly from the work of Hellenstam, that bitumens are colloidal systems, with dispersed phases composed principally of carbon or of high molecular weight hydrocarbons, adsorbed on the surface of low molecular weight hydrocarbons. This dispersed phase is dispersed in an oily medium. The hardness depends on the proportion of the grainy and oily components, and the rheological behavior is conditioned by the adhesion of the different constituents. Precipitation methods, chromatographic separations may be used for the separation of the asphalts into different classes of materials, the most important of which are the hard asphalts or asphaltene, the resins, and the oily constituents, or maltenes. One may arrive at conclusions on the colloid-chemical structure of particular bitumen from the proportion of the classes found. A comparison may also lead to conclusions on other properties.

The composition of the natural asphalt is entirely different from that of the petroleum asphalt. The hard asphalt contents of the latter is much higher, their soft asphalt content is low, and their resin content is particularly low. As the softening point of the petroleum asphalt is higher, the hard and the soft asphalt content is increased, and the oil content becomes correspondingly lower. One may readily understand the reason for the oil content not increasing when the hard asphalt content decreases, but actually becoming lower in some cases, while the proportion of the soft asphalts and the resins actually increase, because otherwise it would automatically be supposed at lower hard asphalt contents. It appears that the contents of the different constituents are less important than the proportion of the constituents of the class.

Different values are obtained by different methods of breaking down the classes.

Breaking the asphalt down into these classes tells us nothing about the chemical constitution. Identification of hydrocarbons and their preparation in the pure state from petroleum oil has been done successfully only in case of the lower boiling fractions. With higher boiling fractions, greater difficulties are to be overcome with increasing molecular weights. It has accordingly become customary to be satisfied with the determination of the characteristic classes of materials, such as the aromatics, naphthenes, paraffins, olefins. The methods used here are ring analysis of Watson and a few physico-chemical processes which have recently come into use, such as the ultraviolet absorption and the Raman spectrum.

0234

Changes in the classes of Materials Produced by Distillation and Oxidation of Hard and Soft Asphalts of the Ebono Bitumen (Mexico)

	Distillation						Oxidation					
	Melting point with residue						Melting point with residue					
	270°	350°	450°	500°	600°	650°	700°	750°	850°	1150°	1500°	
Asphalts	16.8	17.6	16.35	19.3	18.9	20	33.7	39	46	36.0		
Hard	20.8	24.2	28.95	31.2	32.6	3	7.7	7.6	7.0	16.7		
Soft	22.4	20.78	18.1	18.0	17.8	33	27.6	26.7	22.3	18.5		
Resins	39.2	33.7	32.0	23.87	27.8	22.1	20.2	27.9	23.8	27.14		
Paraffin free oil proportion	1.06	1.13	1.17	1.22	1.23	-	-	-	-	-		
Paraffin												
Changes in the												
Hard Asphalt	+0.0	+1.55	+2.5	+2.1	+2.1	+13.2	+16.9	+21.3	+20.2	+20.0		
Soft Asphalt	+3.4	+3.15	+10.4	+12.8	+12.8	-12.8	-13.1	-15.3	-13.6	-4.1		
Changes in the												
Resins	-1.65	-4.3	-4.4	-4.6	-4.6	+6.6	+5.2	+3.3	-0.1	-3.9		
Paraffin free oil composition	-2.5	-6.2	-8.3	-11.4	-11.4	-7.1	-9.0	-11.3	-15.4	-12.1		

(Kochhammer, Petroleum 23 (1932) Nr. 16)

023 c

Obviously, the ring analysis can not be used for the total petroleum residue, but only for the oil constituent. The composition of the other components must be similar in principle to the oil component because of the organic relationship of the individual components and their means of formation. Moreover, the petroleum oil component is the largest in quantity.

Natural asphalt contains little paraffins and correspondingly much aromatic rings, so that the amount of aromatics and of naphthenic hydrocarbons is much greater in them than found in petroleum residues.

The asphaltic base petroleum oil residues approach the natural asphalt in their chemical composition, and the statement is justified, that the higher the asphalt content of the petroleum from which the residues were obtained, the more similar these residues are to the natural asphalt. The more paraffinic the mineral oil, the more does the residue differ in composition from the natural asphalt.

The composition of the petroleum asphalt differs depending on whether they are asphaltic base bitumens, or paraffinic base bitumens. The former contain 40 - 50% of ring compounds and 50 - 60% paraffins, and the latter 30% ring compounds and 70% paraffins. The mixed base bitumens occupy an intermediate position with 20-35% ring compounds and 65 - 70% paraffins.

One may prove a relationship between the chemical composition and the physical properties. The great adhesive power of the asphaltic base bitumens results from their high ring compound contents.

As a rule, the specific gravity of the petroleum residues is the higher, the more asphaltic base in the crude oil from which they were obtained. The picture becomes however clearer when the specific gravity of the oil constituents alone are considered, and a grouping according to the specific refraction produces a series in agreement with the results of the ring determinations.

According to Abraham (Asphalts and Allied Substances, 1929), the hard asphalts (asphaltines) are polycyclic in character and have largely a naphthenic structure.

Mack (Colloid Chemistry of the Asphalts, Colloid Symposium Monograph, vol. 10, 1932, p. 55) discusses the polycyclic compounds containing oxygen or sulfur in the bridges or in the unlike rings. Sachse and Filichev believe that naphthenic derivatives and other condensed aromatic ring systems must be present in the asphaltines. (Die Chemie und Technologie des Krackens, 1932). They are of the opinion that still higher condensed ring systems are formed during cracking.

On the other hand, Hillman and Barnett claim, that the highly condensed aromatic hydrocarbons are insoluble in the solvents in which the asphaltines are dissolved. This leads them to the conclusion that the distillation asphalts as well as those obtained from the cracking residues contain not too highly condensed ring systems, in spite of their higher aromatics content. The more highly condensed systems break down during cracking into simpler systems which manifest itself only in such rheological properties which may be attributed to higher dispersed lyophilic colloids.

Asphaltenes can not be readily sulfurized, because they are protected by the adsorbed oil. The purified asphaltenes can only be sulfurized after extraction, and thus converted into water soluble products.

Cracked malthenes can also be sulfurized, but not the uncracked. This means, that the uncracked malthenes contain whole paraffin molecules as well as paraffin chains as side chains of aromatics and naphthenes, while the cracked malthenes contain no more free paraffin molecules.

All the constituents of cracking residues (except the carbones and the carboids) are closely related chemically, and are formed from simple structural units.

A structure of these building blocks of the bitumens must take into consideration whatever is known about their closest relatives, i.e. the heaviest lubricating oils. The U.S. Bureau of Standards has established that the heavy lubricating oils contain principally naphthenes and hydrocarbons with a single ring or with several condensed rings with or without paraffinic side chains.

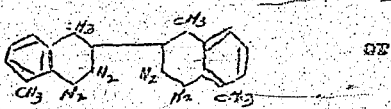
It is generally assumed, that the least soluble cracked fractions contain no long side chains. The C:H proportion is not high enough in these fractions, so that highly condensed ring system may be assumed corresponding to the molecular weight. We must assume therefore units of relatively small ring system, chained to each other. This follows from the molecular weights and the C:H proportion:

	molecular weight	C:H
Decacyclene	450	21.0
Cracking asphalt	700-800	13.5
Distillation asphalt	2400	11.1

We may conclude from the similarity of the bromide and sulfonates of different fractions, that the building blocks of the larger molecules may be limited to but a few similar types.

The process which takes place during mild cracking consists in the breaking down of complicated structures into smaller fragments. In addition, the side chains are split off (formation of CH_4) and a gentle inner dehydrogenation occurs with a liberation of a small amount of H_2 . Many cracking products are not merely less aliphatic in character, but also more highly condensed, which explains the difficult solubility of some of the fractions. A de-polymerization is not excluded as a first step of a cracking process. The side chains are split off later. As a result, distillation and cracking asphalts differ from each other only in molecular weight, density and length of the side chains. The lower solubility of the cracking asphalt than of the distillation asphalt may be attributed to the lower paraffin and paraffinic side chains. The small amounts of the heavy fractions (carbones, carboids) are attributed to the condensation reactions described above.

We may, accordingly, represent the structure of the asphaltene as follows:

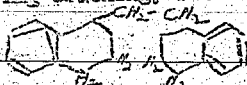


C:H = 10.3

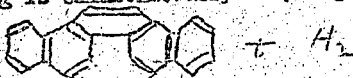


C:H = 12.0

Longer side chains may probably be present in the distillation asphalt. The side chains are split off during cracking, with an additional condensation.



The naphthalene ring is simultaneously dehydrogenated.



These examples illustrate a relatively large molecule; it may be assumed that the compounds found in asphalt have more "balled-together" compounds, as also indicated by the physical properties (Refiner, vol. 16, 1937, p. 352).

/signed/ E. H. E. C.

Translated at:

U. S. Bureau of Mines
Hydrogenation Demonstration Plant Div.
Louisiana, Missouri

023 f

	Gravimetric Separation				Fire Analysis				Origin	
	Oil %	Petro Oil %	Resin %	Hard asph. %	W	n D	AP	Asph. %		Paraff. %
Natural asphalt	21.6	9.5	22.8	46.1	0.9755	1.5395	62.2	27.7	33.5	1.560
Salenizza	20.9	10.7	19.1	49.3	0.9950	1.5307	64.4	23.9	43.0	1.555
Trinidad	24.8	9.2	18.1	47.9	0.9400	1.5161	88.5	6.1	44.8	1.698
Dorna										
Petroleum asphalt	40.0	16.0	31.6	12.4	0.2421	1.5220	65.0	18.6	29.3	1.989
H 200					0.9377	1.5150	62.3	25.4	27.2	1.711
K 65					0.9365	1.5182	66.0	13.7	23.8	1.712
K 150					0.9357	1.5170	105.1	14.2	25.0	1.709
V 65					0.9342	1.5168	102.7	10.9	23.9	1.700
Y 200					0.9374	1.5200	102.1	15.4	24.4	1.728
D I 200								10.5	25.7	1.720
D II 150								4.7	22.7	1.7
D IV 289								5.5	21.6	1.800
D III 50					0.9200	1.5129	121.5	6.4	17.6	1.780
G 50										

This table presents the results of investigation of some natural and petroleum asphalt. It is arranged in order of increasing paraffin content. (Grader, Ol und Kohle, 28, (1942) 887).

0239

Oberbach und Pauer, "Über die Zusammensetzung von Erdasphalten"

p. 90 Ultimate analysis of asphalt Ebano 19 and its components:

	Ebano 19	petroleum fraction	petroleum resin	asphalt resin	hard asphalt
% carbon	82.93	83.87	82.76	83.01	78.51
% hydrogen	10.33	12.00	10.97	9.29	7.25
% sulfur	6.20	4.27	6.74	7.25	14.07

Tabulated Summary: Ultimate analysis and decomposition of some bitumens (Poll)

	German Bitumen	Galician Bitumen	Russian Bitumen	Gilsonite U.S.A.	Trinidad	Beaton
% carbon	85.87	87.13	85.68	87.54	86.11	81.12
% hydrogen	10.31	10.60	11.43	10.76	10.87	9.32
% sulfur	1.13	0.71	0.51	1.45	2.74	5.07
% balance	2.69	1.55	2.38	0.25	0.28	4.49
Proportion						
petroleum oil	44.05	42.71	37.73	0.72	20.04	22.98
Oil resin	34.35	23.57	37.77	0.67	26.22	49.96
Asphalt resin	19.18	22.67	23.67	64.19	46.44	19.82
Hard asphalt	2.24	11.05	0.83	34.39	8.93	7.24

023 L

F 339

Coke-4

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

Herstellung von Elektrodenkoks durch Druckverschmelzung.

A. Über die Hydrirung.

Es sind 2 Fälle möglich:

1.) Das beim Filtrieren des Abschlamms anfallende Filtrat, also mit dem Anreibemittelöl wird als Ausgangsmaterial verwendet. Bei Anreibung 1 : 1 müssen also auf 100 Tl. Bitumen noch mindestens 100 Tl. Mittelöl mitverdampft werden.

2.) Das von der Destillation kommende noch flüssige 200 - 250° heiße Bitumen wird zum Einspritzen verwendet.

Die Verarbeitung ist folgende:

Das von der Filtration kommende Filtrat bzw. das geschmolzene Bitumen wird noch heiß mittels Druckpumpe über einen auf 400 - 475° beheizten Vorheizer in die Druckkokskammern gepumpt, die auf 4 - 15 atm Druck gehalten werden; die Verkokungstemperatur beträgt dabei etwa 460-500°. Um die nötige Verkokungswärme aufzubringen, wird eine entsprechend große Spül-Gasmenge oder Wasserdampf (0,3 - 2 cbm/kg) auf eine Temperatur von 500-600° aufgeheizt und dem flüssigen Schmelgut beigemischt beim Eintritt in die Kokskammern; von letzteren sind mehrere vorhanden und werden nach Auffüllung wechselseitig entleert.

Der noch 5 - 10 % flüchtige Anteile enthaltende Koks wird gebrochen und dann in einen Koksöfen auf 1000 - 1150° erhitzt (etwa 2-3 Stunden), in Kühlwagen entleert und ist jetzt versandbereit.

Das mit dem Spülgas aus den Schmelkammern abgehende Destillat wird unter Druck gekühlt und in einem Vorratsbehälter gespeichert; der beim Anheizen des Schmelkokses anfallende Hochtemperaturteer (ca. 2-3 % des Schmelkokses) wird ebenfalls dort gespeichert; beide werden zusammen destilliert; von der dabei anfallenden Fraktion 200-300° wird die zum Anreiben nötige

198781

Handwritten signature

024

Menge in die Hochdruckapparatur zurückgeführt, das restliche Öl wird als Heizöl verwertet. Das Gesamtgas wird unter Druck vom Benzin befreit und zurückgeführt, der Gasüberschuß entspannt evtl. nach Gewinnung der flüssigen Gaskomponenten.

B. Die Verarbeitung von Schwelteer steht ungefähr in der Mitte zwischen der Verschmelzung von Filtrat und geschmolzenem Bitumen; der Schwelteer muß vorher unter Zusatz von Filterhilfe filtriert werden, um die Asche auf mindestens 0,1 % zu drücken. Bei der Druckverschmelzung benötigt er etwa um 10-20° höhere Schweltemperaturen als Primärbitumen, der Koks ist im Aussehen demjenigen aus Bitumen ähnlich, vielleicht etwas dichter, die Asche bis jetzt stets höher als bei Hydrierbitumenkoks.

Nachfolgende Tabelle gibt die erhaltenen Schwelresultate:

Schwelresultate.

Ausgangsmaterial	Schwelöl	Koks	Gas + Verlust	Asche im Koks	Mittelöl im Schwelöl
Bitumenfiltrat 23,5 MV 300 atm	76,0	19,5	5,5	0,20	7,0
Bitumen, Anreiböl- frei, 25,5 MV, 300 atm	41,5	49,0	9,5	0,1	25,0
Bitumenfiltrat 25 MV, 700 atm	76,0	17,0	7,0	0,15	75,0
Bitumen, Anreiböl- frei, 25 MV, 700 atm	31,0	60,0	9,0	0,25	29,0
Spülgasteer filtriert	63,0	30,5	6,5	0,6	45,0
Schlesag Teer filtriert	64,0	28,0	8,0	0,5	52,0

Die Resultate obiger Versuche sind veränderlich in Abhängigkeit von den Schwelbedingungen; der Mittelölgehalt w.o. kann durch höhere Temperatur oder Druck oder geringere Spülgasmenge erhöht werden, wobei die Koksausbeute steigt und die Schwelöl-Aschebeute entsprechend fällt. Rechnet man z.B. mit einer Bitumenausbeute von 80% (der Reinkohle), so erhält man bei der Schwelung dieses Bitumens 7-10 % Mittelöl bei 325° (auf Reinkohle bezogen).

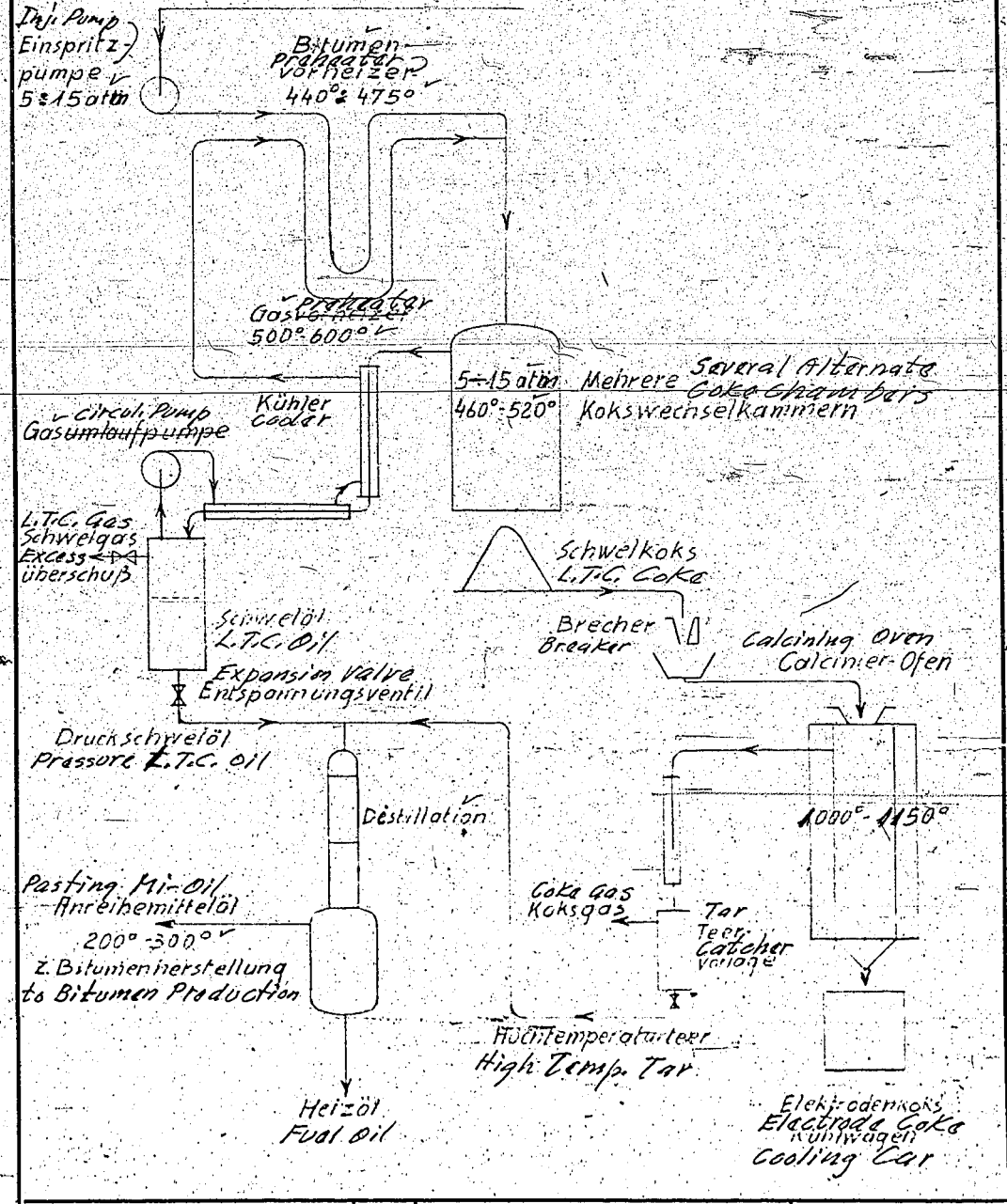
gez. Pfirrmann

T-389

Production of Electrode Coke. Herstellung von Elektrodenkoks

Allgemeiner Arbeitsgang

molten ash-free distillation residue or filtrate.
geschmolzener aschefreier Destillationsrückstand
bzw. Filtrat



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Tag 21. 1. 1942. Name Ia. 3011112	Maßst.	Urheberrechtsschutz nach DIN 39	R2150220/16
--	--------	---------------------------------	-------------

KCBraun
1-24-47

PRODUCTION OF ELECTRODE COKE BY PRESSURE CARBONIZATION (L.T.C.)

By Pfirrmann, Ludwigshafen
27 Jan. 1942

(See also T-330)

A. Hydrogenation

Two cases are possible:

1) The filtrate obtained in filtering the letdown, which includes the pasting middle oil, is used as feed (Ausgangsmaterial). When pasting 1:1, therefore, at least 100 parts of middle oil must be evaporated for each 100 parts of bitumen.

2) The hot bitumen coming from distillation @ 200 - 250°C is used for injection.

The processing is as follows:

The filtrate from filtration or the molten bitumen is pumped, while still hot, into the pressure coking chamber, by way of a preheater heated to 400 - 475°C. The pressure in the coking chamber is maintained @ 4-15 atm. The coking temperature is about 480 - 500°C. To provide the necessary coking heat, an alternate quantity of flushing gas (Spülgas) or steam (0.3 - 2 m³/kg) is heated to a temperature of 500 - 600°C and mixed with the liquid L.T.C. Feed at its entrance into the coking chambers. There are several of the latter and these are alternately emptied after filling.

The coke, still containing 5 - 10% volatile constituents, is broken up and heated for about 2 - 3 hours to 1000 - 1150°C in a coke oven, then dumped into cooling cars and is now ready for shipment.

The distillate coming from the carbonization chambers together with the flushing gas is cooled under pressure and stored in supply tanks. The high temperature tar obtained in heating the carbonization coke, about 2 - 3% of the latter, is also stored there. Both are distilled together. From the fraction 200 - 300°C obtained in distillation, the amount required for pasting is recycled and the residual oil is utilized as fuel oil. All gas is freed of gasoline under pressure and recycled and the excess gas is decompressed after recovering the liquid gas components.

B. The Processing of Carbonization Tar.

This is about half way between the carbonization of filtrate and melted bitumen. The tar must first be filtered with filter aid, to reduce the ash to a maximum of 0.1%. In pressure carbonization it requires about

10 - 20° higher carbonization temperatures than primary bitumen. In appearance, the coke resembles that from bitumen, is possibly a little denser. The ash, up to now, has always been higher than in hydrogenation bitumen coke.

The following table contains the results obtained in carbonization:

Feed Material	L.T.C. Oil	Coke	Gas + Loss	Ash in coke	Mi-oil in L.T.C. oil
Bitumen filtrate, 23.5 mV, 300 atm	76.0	19.5	5.5	0.20	75.0
Bitumen, free of pasting oil, 23.5 mV, 300 atm.	41.5	49.0	9.5	0.1	25.0
Bitumen filtrate 25 mV, 700 atm.	76.0	17.0	7.0	0.15	75.0
Bitumen, free of pasting oil, 25 mV, 700 atm.	31.0	60.0	9.0	0.25	29.0
Flush. gas tar, filtered	63.0	30.5	6.5	0.6	45.0
Schlesag tar, filtered	64.0	28.0	8.0	0.5	52.0

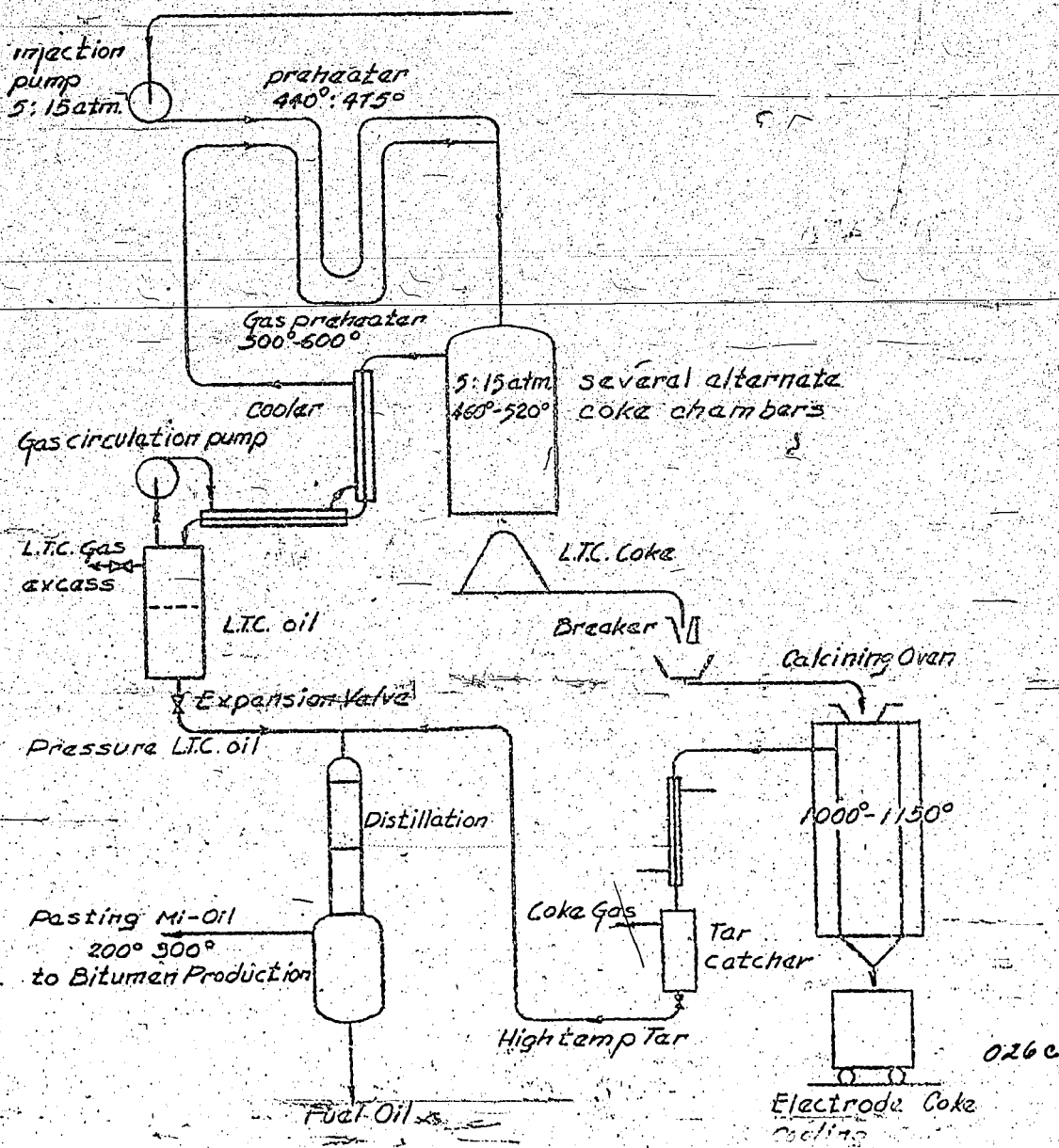
The results of the above experiments may vary with the carbonization conditions. The middle oil content, e.g. can be increased by higher temperature or pressure or less flushing gas, whereby the coke yield rises and the L.T.C. oil yield drops correspondingly. If, e.g. we figure on a yield in bitumen of 80% of the pure coal, we get 7 - 10% middle oil @ 325°C, based on pure coal, in the carbonization of this bitumen.

Production of Electrode Coke

F339

General Flow Sheet

Molten ash-free distillation residue or filterate



Coke-5

Tab 18
K03

Berlin, 25. November 1941 Dr. Br/Py

Zurück

Vorzimmer Dr. Dr. Pfla

Charakteristisches der Steinkohle-Schmelverfahren.

Folgende Arten von Steinkohle-Schmelverfahren lassen sich unterscheiden:

- 1) Spülgas-Verfahren (Lurgi)
- 2) Heizflächen-Verfahren (Koppers)
- 3) Kombinationsverfahren auf Basis Heizflächen (Didier).

ad 1) Das Spülgas-Verfahren, das nur von der Lurgi vertreten wird, bringt die ganze erforderliche Wärme in direkter Weise mit dem Spülgas an die Kohle heran. Es erzielt die grössten Teer- und Gasausbeuten, die bei 90 % Ausbringen von der Fischer-Analyse liegen. Der Anteil von Ölen mit Marine-Heizöl-Qualität liegt bei diesem Verfahren bei etwa 55-65 %, wobei dieser Anteil bezogen ist auf die Summe von Pech-Teer-austringen und wobei das Benzin ausbringen nicht mitgerechnet wird. Die Eigenschaften des Heizöles, das bei diesem Verfahren gewonnen wird, sind nicht so gut wie die der Öle aus den anderen Arten der Schmelzung. Es genügen aber die Heizöle des Lurgi-Spülgas-Verfahrens durchaus den Anforderungen, welche die Marine zur Zeit stellt.

Das Schmelgas, das bei diesem Verfahren gewonnen wird und zu einem Teil als überschüssiges Schmelgas zur Verfügung steht, ist wegen seiner Erzeugung mit Stickstoff verdünnt und hat einen Heizwert von nur rund 2000 WE. Jedoch kann dieses Gas, wenn grosser Wert auf den Entfall eines konzentrierten Gases gelegt wird, auch in stickstoff-freier Form gewonnen werden. Zu diesem Zweck nimmt man die Verfeuerung des Gases in Schmelzer anstatt mit Luft mit Sauerstoff vor (Arbeitsweise Auschwitz).

Als Vorteil dieses Verfahrens muss gewertet werden, dass es für die Verschmelzung von Braunkohle in grösstem Massstab seit Jahren angewendet wird. Das Verfahren ist insofern in allen Einzelheiten erprobt, und es schliesst praktisch kein Risiko in sich, wenn es auf Steinkohle angewendet wird.

Die Anlagekosten bei diesem Verfahren sind die niedrigsten und betragen für die vollständige Anlage ungefähr:

0,77 t Eisen je tato Teerprodukte
250,- RM je tato Teerprodukte.

78948

627

ad 2) Das Heizflächen-Verfahren bringt die benötigte Wärme von aussen über beheizte Wände aus keramischem Material (nach dem Vorbild der Hoksöfen) oder auch über metallisches Material (Eisen) ein.

Mit keramischem Material arbeiten Koppers, Didier, Lurgi, aus Eisen sind die Wände der Schweler gefertigt bei Brennstoff-Technik ("B.T."-Verfahren) und Krupp-Lurgi.

Wegen der Temperaturfälle, die in diesem Falle notwendigerweise im Schwelgut vorliegen, tritt eine gewisse Cracking des aus der Kohle entbundenen Bitumens ein. Die Ausbeute an Teerprodukten ist dementsprechend geringer. Sie liegt bei 75-80% je nachdem durch geeignete Massnahmen wie z.B. Verringerung der Kammerbreiten Überhitzungen vermieden werden. Die Qualität der gewonnenen Teeröle ist bei diesem Verfahren ausgesprochen viel besser als bei dem Spülgasverfahren. Da im Augenblick, wie unter 1) gesagt, eine Wärmerückgewinnung aus Heizölen dieser Verfahren bzw. eine Wärmerückgewinnung für die Heizöle aus dem Spülgasverfahren nicht vorliegt, rechnet sich das Heizflächenverfahren wegen seines geringeren Gesamttausbringens an Teerprodukten weniger gut als das Spülgas-Verfahren.

Als Vorzueil wird für das Heizflächenverfahren geltend gemacht, dass die Abgasqualität eine bessere sein soll. Wir konnten Bestätigungen hierfür aber nicht in die Hand bekommen. Diese Verfahren stehen erst im Anfang ihrer Entwicklung. Ihre Anwendung im jetzigen Zeitpunkt schliesst ein entsprechendes Risiko in sich.

Bei den Verfahren, welche mit eisernen Kammer arbeiten, ist man mit der Temperatur auf etwa 650- höchstens 700°C beschränkt. Bei höherer Temperatur würde eine zu schnelle Abnutzung des metallischen Bauwerkes eintreten. Es ist deshalb nicht leicht bzw. überhaupt nicht möglich, einen weitgehend stoffgasarten Koks wie er an manchen Stellen verwendet werden muss (Karbide-Öfen der Stahlwerke) zu gewinnen.

Die Überschussgase der Heizflächen-Verfahren fallen naturgemäß in konzentrierter Form mit etwa 4000-5000 kcal/m³.

Die Abgasqualität dieser beiden keramischen Verfahren welche wir eingesehen haben, ist charakteristisch für die heute üblichen Spülgasverfahren. Entsprechend hoch waren die Kosten bei 3000

- 3 -

Angebot von Koppers für Auschwitz, aus dem die folgenden Zahlen berechnet wurden:

Spezifische Investitionszahlen:

0,300 t Eisen je tato Teerprodukte
450.- RM je tato Teerprodukte.

ad 3) Die Kombinationsverfahren, welche in der letzten Zeit, insbesondere von Didier und Kollergas vertreten und voran getrieben worden sind, sind Heizflächen-Verfahren, die den Ofen ausserdem mit gewissen Mengen Spülgas betreiben. Hierdurch ergibt sich der Vorteil, dass der Durchsatz auf nahezu das Doppelte gesteigert werden kann. Dadurch dass die Schwelgase schneller von der Kohle abgeführt werden, werden sie auch weniger getrocknet und die Teeröl-ausbeute liegt höher als bei den ~~einzelnen~~ Heizflächen-Verfahren.

Didier garantierte in seinem Angebot für Auschwitz ein Teerausbringen von 85,5 % Teer. Man kann damit rechnen, dass man es in Bälde in die Hand bekommen wird, in weiten Grenzen Ausbringen und Eigenschaften der Teerprodukte bei diesen Verfahren verändern zu können.

Bei den Heizflächen-Verfahren und auch bei den kombinierten Verfahren muss in Rechnung gestellt werden, dass Abnutzung der Anlage und Reparaturen viel höher sein werden als bei dem Spülgas-Verfahren.

Spezifische Investitionszahlen:

0,200 t Eisen je tato Teerprodukte
328.- RM je tato Teerprodukte.

Allgemeines:

Allgemein lässt sich sagen, dass die Verhältnisse auf dem Gebiet der Steinkohle schwelung in jeder Hinsicht noch in vollem Fluss sind. Die Verfahren können sämtlich nur wirtschaftlich sein, wenn die gewonnenen Teerprodukte eine nicht zu geringe Gutachrift erzielen und der Koks in einer Qualität ausfällt, die für eine weitenverwendung brauchbar ist. Wenn das oberschlesische Kohlen für Grund-lage der Betrachtung gemacht wird, so muss ein starkes Moment für die Schwelung von Steinkohle darin erblickt werden, dass in Oberschlesien nur eine unvorordentlich beschränkte Zahl von Kokes den normalen Hüttenkokes zu erzeugen gestattet. Bei der zu erwartenden

und zum Teil schon in Gang gesetzten ausserordentlich starken Aus-
weitung der Industrie in Oberschlesien muss eine Nachfrage nach Koks
entstehen, die mit den jetzt bekannten Mitteln nicht befriedigt
werden können. Der benötigte Koks kann nicht anders als in Form von
Schwelkoks gestellt werden. In diesem Moment möchten wir den
stärksten Antrieb für die Errichtung von Schwelereien in Oberschle-
sien erblicken.

Wie schon gesagt, wird die Wirtschaftlichkeit der Schwelung
nächst der Bewertung des gewonnenen Kokes entscheidend beeinflusst
von der möglichen Gutschrift für die restlichen Teerprodukte: Schwel-
benzin, Öl und Schwelpech. Eine genauere Beurteilung des Wertes der
verschiedenen im Wettbewerb liegenden Schwelverfahren kann erst
erfolgen, wenn mehr und genaueres Zahlenmaterial, das insbesondere
auf technischen Betriebsanlagen gewonnen sein müsste, über Leistun-
gen und Art der verschiedenen Schwelprodukte der Verfahren zur Ver-
fügung stehen.

gez. Braus

KCBraun
4-10-47

CHARACTERISTICS OF BITUMINOUS COAL LOW TEMPERATURE
CARBONIZATION PROCESSES

By Dr. Braus, Berlin
25 Nov. 1941

In bituminous coal low temperature carbonization (schwelen) we can differentiate between three processes:

- 1). Flushing Gas Process (Lurgi-Spülgasverfahren)
- 2). Heating Surface Process (Koppers-Heizflächenverfahren)
- 3). Combination Process, based on Heating Surfaces (Didier)

No. 1). The flushing gas process, represented solely by Lurgi, brings all the heat required to the coal directly with the flushing gas. The greatest tar yields are obtained with it, which are 90% of the Fischer analysis. The proportion of oils of marine fuel oil quality in this process is 55 to 65%, based on the total pitch and tar yields, not including the gasoline yield. The properties of the fuel oils obtained by this process are not as good as those of the oils obtained by the other processes. However, the fuel oils obtained by the Lurgi flushing gas process meet all requirements specified by the navy.

The L.T.C. gas obtained in this process, which is, in part, available as excess L.T.C. gas, is diluted with nitrogen in its production and has a heating value of only about 2000 kcal/m³. However, this gas may also be obtained free of nitrogen, if a concentrated gas is desired. For this purpose the gas is burned with oxygen instead of with air in the oven. (Auschwitz method).

One advantage of this process is the fact that it has been used for years in the carbonization of brown coal on the largest scale. Consequently, the process has been tested in all its details and practically eliminates all risk when used for bituminous coal.

The plant costs for this process are the lowest. For a complete plant they equal about:

0.17 t iron each t/ann tar products, or
250.00 RM " " " "

No. 2). The heating surface process brings the required heat from the outside over heated walls of ceramic material as in the coke oven, or over metallic walls.

Koppers, Didier and Lurgi use ceramic material, while Brownstoffs Technik (B.T. Process) and Krupp-Lurgi use iron oven walls.

Because of the temperature gradient necessarily in the L.T.C. feed in this case, a certain cracking of the bitumen liberated from the coal takes place. The yield in tar products is correspondingly lower. It is around 75 to 80%, depending upon whether overheating is prevented by suitable means, such as decreasing the chamber widths. The quality of the tar oils recovered in this process is decidedly much better than in the flushing gas process. Since at present, as explained in (1) above (?) no higher valuation of the fuel oil from these processes or a lower credit for the fuel oils from the flushing gas process is being considered, the heating surface process figures inferior to the flushing gas process, because of its low overall yield in tar products.

One advantage claimed for the heating surface process is that the quality of coke is said to be superior. However, we could obtain no verification of this claim. These processes are still in the first stages of development. Their use at this time implies a corresponding risk.

The processes using iron chambers are limited to temperatures of about 650°, or, at most, 700°C. At higher temperature the metal would wear rapidly. It is, therefore, difficult or impossible to produce a largely degasified coke, as used for certain purposes, such as carbide furnaces or buna works.

The excess gases in the heating surface processes are naturally concentrated @ abt. 4000-5000 kcal/m³.

Construction costs of all heating surface process plants we inspected were on the average 20% higher than for the flushing gas process. The Koppers bid for the Auschwitz plant was especially high, from which the following figures are derived:

0.300 t iron each t/ann tar products
 450.00 RM " " " " "

No. 3). The combined processes, recently represented and pushed by Didier and Kollergas, are heating surface processes, which operate the oven with a certain amount of flushing gas. The thruput can thereby be almost doubled. Because the L.T.C. gases are taken away faster from the coal, they are less cracked and the tar oil yield is higher than in the simple heating surface processes. In his bid for Auschwitz, Didier guaranteed a tar yield of 85.5% tar. This process will certainly be well under control in the near future and widely used and the properties of the tar products varied.

In the heating surface processes, as well as in the combined processes, much greater wear and tear of the plant and cost of repairs than in the flushing gas process must be figured in the cost of product.

Specific investment figures are:

0.200 t iron each t/ann tar products, or
 328.00 RM " " " " "

General

Generally speaking, business in the field of bituminous coal low temperature carbonization is in full swing in every respect. The processes can

030 b

be economical only when the recovered tar products do not bring too low a price and the coke is of such quality that it may be utilized further. If the district of Upper Silesia is used as a basis for consideration, a powerful momentum for the carbonization of bituminous coal must be recognized in the fact that only a very limited number of coals there are suitable for producing the normal blast furnace coke. With the extraordinarily big expansion of industry in Upper Silesia, already underway or expected, a demand for coke must develop, which cannot be satisfied with existing facilities. The coke required can be supplied only in the form of L.T.C. coke. This momentum, therefore, will furnish the greatest incentive for the building of L.T.C. plants in Upper Silesia.

As already mentioned, the economy of carbonization, besides the evaluation of the coke, is decisively influenced by the value and market for the residual tar products, gasoline, oil and pitch. A closer estimate of the value of the various competing carbonization processes will be possible only when more and more accurate figures, particularly from large scale operations are available on the capacities of the processes and the nature of the different products produced by them.

/pkl

Copie 6

T-303

Hochdruckversuche
Nr. 558

21. April 1945 Lhd/ Fu ^{K3}

Vorzimmer Dr. Dr. Pfler

Verbesserung der Schwelausbeute durch Verdünnungsölsatz
im Abscheider.

Versuche in Scholven haben ergeben, daß bei Zusatz von Verdünnungsöl (Abstreiferschweröl) in den Heißabscheider die Abschlammzusammensetzung sich dahingehend ändert, daß der Gehalt an Asphalten etwa um ein Drittel kleiner ist, als er nach der Berechnung der Verdünnung sein müßte. (s. Aktennotizen vom 9.3.42 und 11.12.42 Scholven). Wenn die Verdünnung des Abschlammes, wie es vor der normalen Schleuderung geschieht, erst außerhalb des Abscheiders vorgenommen wird, tritt eine derartige Erniedrigung des Asphaltgehaltes (nach der Scholvener Zerlegungsmethode A + B + C-Asphalte) nicht ein. Scholven erklärt den Einfluß des Verdünnungsölsatzes im Heißabscheider auf den Asphaltgehalt damit, daß Komponenten des Abschlammes noch in Lösung gehalten werden, die sonst beim unverdünneten Abschlamm im Abscheider ausflocken und dabei so verändert werden, daß sie nachträglich nicht mehr in Lösung zu bringen sind.

Als Folge der Asphaltverringerung im Abschlamm wurde in Scholven eine Verbesserung der Schwelausbeute von 65 auf 73 % bezogen auf Öl im Abschlamm beobachtet.

Anlässlich eines Versuches mit K 1242 (Zeuthen-Heinitz), die im 10-ltr-Ofen mit Eisenschlacke, Bayermasse und Ammonchlorid bei 600 at und 470° auf Bi + Mi gefahren wurde, wurden die Scholvener Ergebnisse nachgeprüft.

In 10-ltr-Ofen-Versuch wurde der Zusatz des Verdünnungsöles (Abstreiferschweröl) zum Abscheider in zweierlei Weise vorgenommen. Einmal wurde das V-Öl in den Druckausgleich des Abscheiders gegeben; das andere Mal wurde die den Abscheider vorgeschaltete Neutralisationsbirne.

Die Menge des V-Öls wurde so bemessen, daß ein Abschlamm mit rd. 16 % I erzielt, d.h. daß das Verhältnis Abschlammöl:Abstreiferschweröl das gleiche war wie normalerweise im Schleuderrückstand. Die gewonnenen Abschlämme wurden wie üblich auf Feste- und Asphalt-Gehalt analysiert und außerdem in der Fischerrelorte geschwelt. Als Kontrollen wurde ein Abschlamm in normaler Weise geschwelt. Als Kontrollen wurde ein Abschlamm, der auf 17 % F verdünnt wurde, untersucht. Die Ergebnisse sind in folgender Tabelle zusammengestellt:

Abschlamm	V-Ölsatz in Birne	V-Ölsatz in Druck- ausgleich	verdünnter Normal- Abschlamm	Normal- Abschlamm
Benzol-Fester %	14,2	17,3	17,0	20,3
Asphalte in Gramm %	4,5	9,3	9,7	8,5
Asphalt in Gramm %	6,3	5,4	7,3	8,5
Asphalte + Asphalt %	0,74	0,69	0,84	0,84
Öl im Schlamm	85,1	82,5	82,0	77,2

Der Effekt der Verringerung der s-Asphalte durch die Zugabe des Verdünnungsöls zu dem heißen Abschläm unter Druck bestätigte sich also, wenn auch die Asphaltverminderung (rd) 17 % nicht so weit ging, wie in den Versuchen von Scholven. Dagegen wurde nur eine sehr geringe Verbesserung der Schwelausbeute gefunden, die noch innerhalb der Fehlerstreuung liegen dürfte.

gez. Hüpper

gez. Leonhardt

5.
zu

Coke-6

T-305
K43

Abschrift / Fu

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Stettin-Pölitz, den 14.12.42. Ibg
BR/Hz.

Versuche im Laboratorium und Betrieb zur Erhöhung
der Ausbeute an Schwelöl bei der Verschwelung von
asphaltartigen Rückständen
vom 12.5.1942

Dr. Horn/Dr. Hinz

Im allgemeinen tritt bei der Schwelung im Kugelofen bei 530°C ein Verlust von 10 - 15 % bei dem Pechabschlamm und von 20 - 30 % bei dem Schleuderrückstand aus schlesischer Kohle ein, wobei der Verlust auf das wasser- und festefreie eingebrachte Öl bezogen wird. Den Anlaß zu den folgenden Untersuchungen gab die an sich bekannte Tatsache, daß durch verschiedene Zusätze - die aufgrund anderer Beobachtungen den Eingangsprodukten beigegeben worden waren - die Ausbeute an Schwelprodukt herabgesetzt wurde. Diese Erscheinung führte zu der Überlegung, daß mit Wahrscheinlichkeit auch die Ausbeute erhöht werden kann, wenn geeignete Stoffe hinzugefügt werden, welche entweder die stets auftretende zusätzliche Verkokung eines Teiles des eingebrachten Öles oder die Vergasung herabmindern.

Für die Versuche wurde als Ausgangsmaterial zuerst Pechabschlamm, der bei der Hydrierung von Steinkohlenteerpech entsteht, und später Schleuderrückstand verwandt, wie er beim Schleudern des Kohleabschlammes der Hydrierung anfällt.

A. Versuche mit Pechabschlamm

Die Arbeit wurde bei uns im Laboratorium so aufgenommen, daß mit der Fischer-Schwelretorte ein Pechabschlamm verschwelt wurde, der szt. auch im Betrieb verarbeitet wurde. Dieses Produkt ergab unter Zugabe von überhitztem Wasserdampf im Laboratorium folgende Ausbeutebilanz:

72,5 % Öl 3,8 % Vergasung 23,7 % zusätzl. Verkokung.

Zur Erhöhung der Ausbeute begannen wir mit Alkali- und Erdalkalihydroxyden als Katalysatoren und konnten dabei klar feststellen, daß eine Ausbeuteverminderung eintritt, wie z.B.:

mit Ca(OH)₂ 65,2 % Öl 5,8 % Vergasung 29,0 % Verkokung
" Ätznatron 60,2 % Öl 3,6 % 36,2 % "

5.2.1943
zu 90 000

(Held in 4 tables)

Ebenfalls zeigte sich, daß Oxyde von Kupfer, Molybdän, Uran, Wolfram, Chrom, Nickel u.a. keine Effekte bewirkten, eine Beobachtung, die auch beim Schwelen von Schleuderrückstand mit den angeführten Zusätzen gemacht wurde. Metalle wie Kupfer, Chrom, Aluminium und Metallegierungen, von denen das Raney-Nickel (s. Angew. Chemie 1941, S. 229) besonders geeignet erschien, waren hier fehl am Platz.

Aus dem Gedanken heraus, daß etwa durch Polymerisation der leichten Anteile mehr Ölbildung auftritt bzw. dies durch Dehydrierung und Spaltung hoher asphaltartiger Moleküle erreicht werden könnte, wurden Versuche mit Schwefel, Selen und Tellur begonnen, da diese Stoffe vielfach als Katalysatoren für die eben genannten Reaktionen angewendet werden. Hierbei zeigte es sich, daß eine geringe Erhöhung der Ausbeute an Schwelöl aus Pechabschlamm eintritt, und zwar mit Tellur um 2 - 2,5 %, mit Selen (rot) um 1 - 2 %, mit Schwefel um 0,5 - 1 %.

Selbstverständlich läßt sich sagen, daß derartige Unterschiede innerhalb der Versuchsfehler liegen können, zumal sich ergab, daß die Ausbeute im Betrieb viel höher lag als die des Laboratoriums:

im Laboratorium 72,5 % Öl im Betrieb 83 - 88 % Öl.

Dieser Unterschied erklärt sich daraus, daß unsere Produkte im Laboratorium um 5°C pro Minute bis auf 520°C erhitzt und dann während einer Viertelstunde ausgeschwelt wurden, während im Betrieb das Produkt die volle Temperatur viel schneller erreicht. Um diesen Fehler auszumerzen und dem großtechnischen Prozeß näherzukommen, haben wir die Fischer-Retorte derart umgeändert, daß der Abschlamm bzw. der Rückstand tropfenweise in die bereits auf Schweltemperatur gebrachte Retorte eingeführt werden kann. Hierbei ergab sich nun, daß die Ausbeuten von Betrieb und Labor praktisch gleich hoch waren:

im Laboratorium 85,5 % Öl im Betrieb 83 - 88 % Öl.

Bei Zusätzen von Schwefel, Selen (rot) oder Tellur erreichte man auch mit der abgeänderten Apparatur die Erhöhung von 0,5 - 1 % bzw. 1 - 2 % bzw. 2 - 2,5 %.

Wenn auch die Erhöhung der Ausbeute bei der Verschmelzung von Pechabschlamm nicht bedeutend ist, so ist doch hier - wie auch später bei der Schleuderrückstand-Verschmelzung - ein anderer Effekt eingetreten: Die Siedeanalyse des ohne Kontakt behandelten Abschlammes im Vergleich zu der mit Kontakt behandelten Probe zeigt eine Verschiebung

zugunsten der Mittelölfraction bis 300°C, dann jedoch wird beim Pechabschlamm das mit Kontakt behandelte Produkt schwerer (siehe Tabelle 1).

B. Versuche mit Schleuderrückstand

Nach diesen ersten Versuchen mit Pechabschlamm wurde dann als wichtigeres Problem nur noch Schleuderrückstand der Kohlehydrierung geschwelt, und zwar ebenfalls mit der abgeänderten Fischer-Retorte und mit überhitztem Wasserdampf. Die Dauer der Schwelung wurde bei 110 g Einwage auf 75 Minuten gehalten und anschliessend 10 Minuten nachgeschwelt. Eine Versuchsserie über den Einfluß der Schweltemperatur ergab, daß die optimale Ausbeute bei 530°C erzielt wird, d.h. bei der gleichen Temperatur, bei der in der Großanlage gearbeitet wird (siehe Tabelle 2).

Die Untersuchungen wurden an vier Proben durchgeführt, die mit I, II, III und IV bezeichnet und an den genannten Tagen dem Betrieb entnommen worden sind:

I	am 24. 6.41	Analyse: 40,5 % Festes,	Spez. Gew.	1,340
II	am 23. 7.41	39,5 % " " "	"	1,350
III	am 23.10.41	41,5 % " " "	"	1,334
IV	am 25.11.41	33,0 % " " "	"	1,243

Die Erfahrungen, die bei der Schwelung von Pechabschlamm hinsichtlich der Kontaktzusätze gemacht wurden, zeigten sich auch bei dem Schleuderrückstand I: Alkali oder Erdalkalihydroxyde, Metalloxyde, Metalle und Schwermetallsalze brachten in keiner Form einen Erfolg. Deshalb wurde bei den Rückständen II und III vorwiegend mit Schwefel und weiteren Beimengungen hierzu gearbeitet.

Die bei der Verschwelung von Pechabschlamm unter Zusatz von Schwefel auftretende geringe Erhöhung der Ausbeute ergab sich auch hier, sogar in weit größerem Maße, wie die Gegenüberstellung der Ausbeuten mit und ohne Schwefelzusatz bei der Verschwelung der Proben I, II und III zeigt (siehe Tabelle 3). Der Rückstand IV wurde nicht für diese Schwefelversuche verwandt, sondern mit anderen Zusätzen geschwelt und ist später beschrieben. Zur Frage des Prozentsatzes der Schwefelbeimengung fanden wir, daß bei 1,2 % Zusatz die höchste Grenze erreicht und eine weitere Zugabe zwar ohne Schaden, jedoch nutzlos ist.

Bleibt man unter 1,2%, so fällt die Ausbeute wieder. (siehe Tabelle 4).

7 Noch während der Bearbeitung der Rückstände im Laboratorium ist bereits Anfang Juli 1941 in der Betriebsschwelerei Kontakt zugegeben worden. Es bestätigte sich auch hier das Resultat des Laboratoriums, daß die Ausbeute im Monat Juni 1941 im Mittel 71,5 % Öl ergab, während im Juli 1941 79,5 % im Mittel erreicht wurden. Wie oben bereits erwähnt, ist beim Schwelen des Pechabschlammes die Beobachtung gemacht worden, daß bei Zusatz von Schwefel der Gehalt an Mittelöl steigt, jedoch über 300°C das Öl mit Schwefelzusatz schwerer wird. Bei dem Schwelöl aus Schleuderrückstand liegt der Fall ähnlich, nur steigt hier die gesamte Menge des mit Schwefel behandelten Produktes bis 360°, wie die Siedeanalyse zeigt (Tabelle 5).

Tabelle 6 gibt die im Betrieb erzielten Ergebnisse wieder.

7 ~~Der bei den Laborversuchen höher liegende Siedebeginn hat seinen Grund darin, daß bei diesen Versuchen das Nachkühleröl nicht getrennt behandelt worden ist, während das bei den Betriebsproben geschehen ist. Die Nachkühleröl-Siedeanalysen zeigen bei Schwefelzusatz bei den Fraktionen von 280 - 360°C mehr Anteile als die entsprechenden ohne Schwefel (siehe Tabelle 7).~~

7 In den Fraktionen unter 280° waren Schwankungen zu verzeichnen. Häufig trat dort allerdings der Fall ein, daß ohne Zusatz mehr leichte Teile vorhanden waren, was jedoch gerade bei dem Nachkühleröl auf unsere anfänglichen Kondensationsschwierigkeiten zurückzuführen ist, da die noch leichteren Anteile bei der Kontaktbehandlung nicht restlos in den flüssigen Zustand gebracht werden konnten. Neuerdings liegen die Verhältnisse hier ebenso wie im Laboratorium (siehe Tabelle 8).

7 Es trat mitunter die zunächst unerklärliche Erscheinung auf, daß trotz des Kontaktes die Ausbeute in der Großanlage fiel, während dies bei Überprüfung des gleichen Produktes im Laboratorium nicht der Fall war. Wir nahmen zunächst an, daß der Schwefel bei Zugabe zum Rückstand evtl. bereits in irgendeiner Form zur Reaktion gebracht wird und bei Eintritt in den Schwelofen nicht mehr oder nicht mehr in der genügenden Menge vorhanden ist. Zur Kontrolle wurde Schleuderrückstand mit Schwefel bei verschiedenen Temperaturen untersucht. Dabei ergab sich, daß Temperaturen von 70 - 90°C eine kaum merkbare Bildung von H₂S erbrachten, bei 110° zeigten sich Spuren bei Behand-

lung bis zu 8 Stunden; jedoch bei 130° und 150°, den Temperaturen also, die im Betrieb vorliegen, ließ sich eine größere Abnahme des Schwefelgehaltes feststellen, und zwar von 4,0 % auf 0,8 % bei 8-stündiger Einwirkung und 150°C. Die Versuche sind gravimetrisch quantitativ ausgeführt, wobei stündlich der gebildete Schwefelwasserstoff als PbS erfaßt und dieses nach Überführung in PbSO₄ gewogen wurde. Die Tabelle 9 gibt den Schwefelgehalt nach den angegebenen Versuchsstunden wieder. Es gehen demnach nach 8 Stunden bei 130° rund 50 % und bei 150° rund 80 % des Schwefels in Schwefelwasserstoff über.

Diese Versuche erzwangen eine Untersuchung in der Richtung, daß statt Schwefel Schwefelwasserstoff dem Rückstand zugesetzt wurde mit dem Ergebnis, daß Schwefelwasserstoff eher etwas besser wirkt als Schwefel:

Rückstand II: mit Schwefel	81,5 % Öl	+ 3,0 % - 4,5 %
" Schwefelwasserstoff	82,6 % Öl	+ - 0,4 %.

Das oben erwähnte Fallen der Schwelausbeute im Großbetrieb lag also nicht an der Zersetzung des Schwefels, sondern es tritt - wie wir heute wissen - stets eine Abnahme ein, wenn die Öfen aus Produktmangel oder Reparaturgründen in den Kreislauf genommen und somit wiederholt an- und abgestellt werden müssen.

Aus diesen Versuchen im Laboratorium sowie im Betrieb zeigt sich, daß bei Zugabe von Schwefel - wie auch Selen und Tellur - eine Erhöhung der Ölausbeute erreicht wird, wenn mit überhitztem Dampf gearbeitet wird, und daß die Bildung von H₂S im Vorratsbehälter nicht schadet. Der Chemismus der Reaktion mag sogar auf Bildung von H₂S beruhen, der evtl. wiederum bei der Schweltemperatur in Spaltprodukte überführt wird. Für die Betriebsschwelerei war es aus fahrtechnischen Gründen erwünscht, dem Rückstand noch Soda und Sulfigran zuzusetzen. Laborversuche mit Soda zeigten jedoch, daß Verminderung der Ausbeute eintritt. So ergab der Rückstand II ohne jeden Zusatz 74,5 % Öl, mit Soda (bis 1 %) nur 72,0 %. Der Fall liegt dagegen anders, wenn man einen Teil des Schwefels durch Soda ersetzt. Durch ein richtiges Verhältnis beider kann man die negative Wirkung der Soda so leiten, daß mindestens die gleiche, ja teils höhere Ausbeute als mit reinem Schwefel eintritt.

Tabelle 10 gibt ein Bild der Verhältnisse und zeigt, daß mit 0,15 - 0,3 % Soda und 0,9 - 1,2 % Schwefel, bezogen auf Schleuderrückstand, mindestens das gleiche Resultat erreicht wird wie bei der Schwelung ohne Soda und nur mit Schwefel.

7 Nach diesen Untersuchungen folgten jene mit Zusatz von Sulfigran zum Rückstand, wobei sich herausstellte, daß bei Anwendung geringer Mengen eine Erhöhung der Ausbeute eintritt, bei größeren Mengen (über 1,3 %) weder eine Erhöhung noch eine Verminderung. Mengen von 0,3 - 0,9 % Sulfigran ergaben die gleichen Ausbeuten wie mit Schwefelzusatz allein, bei 1,3 % und mehr erreichte man die Zahlen der kontaktlosen Schwelung. Es ist demnach für den Schwelbetrieb eine Sulfigranzugabe ohne weiteres möglich, zumal mitunter - wie bei Rückstand II - bei gleichzeitiger Anwesenheit von Schwefel die Ausbeute noch mehr ansteigt als mit Schwefel allein. Man erhält bei 0,3 - 0,6 % Sulfigran und 0,9 % Schwefel, bezogen auf den Rückstand, eine Ausbeute von 83,0 - 84,5 % im Gegensatz zu 81,5 % mit Schwefel allein.

8 Etwas anders liegen allerdings die Verhältnisse bei unserem Rückstand III. Hier beträgt die Ausbeute ohne Schwefel bereits 82,8 %, mit Schwefel 90,2 %, mit Schwefel + Sulfigran dagegen nur 86,5 %, d. h. 4 % mehr als ohne jeden Kontakt, aber 4 % weniger als mit Schwefel allein.

Abschliessend ist eine Kombination von Schwefel, Soda und Sulfigran untersucht worden, die zeigte, daß bei nicht zu großem Überschuß an Soda und Sulfigran die mit Schwefel allein erhaltenen Ausbeuten erreicht werden. Dies wurde auch in der Großanlage geprüft, indem dort zeitweilig ein Ofen ohne Kontakt gefahren wurde. Wir erhielten folgende Werte:

vom 16.-19.1.42.	76,5 %	Ölausbeute bei kontaktfreier Schwelung
" 12.-15.1.42.	87,9 %	" " Kontaktzugabe
" 20.-22.1.42.	86,5 %	" " " "

Die Zusammensetzung des Kontaktes war:

0,27 % Soda	} bezogen auf den Rückstand.
0,30 % Sulfigran	
0,30 % Schwefel	

Somit ist auch hier wiederum bewiesen, daß Labor und Betrieb übereinstimmen und neben der gewünschten Zugabe von Soda und Sulfigran die Wirkung des Schwefels erhalten bleibt.

- 7 -

C. Zusammenfassung

Aus den sämtlichen Versuchsreihen und den Erfahrungen des Betriebes konnte mit Sicherheit festgestellt werden, daß bei u n s e r e m Schleuderrückstand durch Schwefelzugabe und überhitzten Wasserdampf stets eine Erhöhung der Ausbeute um 5 - 10 % eintritt, und zwar besonders glatt, wenn - wie die letzten Erfahrungen gezeigt haben - der Schwefel zusammen mit Soda und Sulfigran in Form eines 20 - 25%igen Breies zugesetzt wird.

7-303

Table 1.

Anlage I

Tabelle 1 (Vergl. S. 3)

*Boiling analysis of the L.T.C. oil from pitch
Siedeanalyse des Schmelöls aus Pechabschlamm*

		without Catalyst ohne Kontakt	With Catalyst mit Kontakt
to	250°C	1,8 %	3,2 %
251 "	300°	2,5 %	7,6 %
301 "	345°	26,1 %	24,8 %
346 "	360°	48,9 %	36,8 %
über	360°	51,1 %	63,2 %
over			

All commas are periods

Table 2.

Tabelle 2 (Vergl. S. 3)

Carbonization Temperatures Schmeltemperaturen	450°C	470°C	490°C	510°C	530°C	540°C
Oil Yield Ölausbeute	60,8 %	67,1 %	69,5 %	73,9 %	75,0 %	73,1 %
Additional Caking zusätzl. Verkokung	34,8 %	28,3 %	24,8 %	17,6 %	18,5 %	18,4 %
Gasification Vergasung	4,4 %	4,6 %	5,7 %	8,5 %	6,5 %	8,5 %

Table 3.

Tabelle 3 (Vergl. S. 3)

*Comparison of Yields in Carbonization of Centrifuge Residue with & without Sulfur.
Gegenüberstellung der Ausbeuten bei der Schwelung von Schleuderrückstd. mit und ohne Zusatz von Schwefel.*

Sample Probe	Yield without Sulfur Ausbeute ohne Schwefel				Yield with Sulfur Ausbeute mit Schwefel			
	% Oil	% zus. Verkokg.	% Ver- gasung	Abwei- chung	% Oil	% zus. Verkokg.	% Ver- gasung	Abwei- chung
I	74,9	19,0	6,1	+ 0,1	83,0	8,7	8,3	- 1,5
II	74,5	11,4	14,1	+ 2,6 - 1,7	81,5	15,4	3,1	+ 3,0 - 4,5
III	82,8	11,8	5,4	+ 1,2 - 1,2	90,2	6,6	3,2	+ 1,3 - 1,2

CAU

Table 4.
Tabelle 4. (Vergl. S.4)

Untersuchungen auf die zweckmäßigste Schwefelmenge.
Investigations into the determine the optimum amount of sulfur

Residue Rückstand	Without Sulfur ohne Zusatz	With Sulfur mit Zusatz
II	74,5 % Öl	0,3 % S 79,0 % Öl 0,6 " " 79,0 " " 0,9 " " 81,2 " " 1,2 " " 84,5 " " 4,0 " " 85,0 " "
III	82,8 % Öl	0,5 % S 89,9 % Öl 1,2 " " 90,95% "

Table 5.
Tabelle 5. (Vergl. S.4)

Boiling Analysis of L.T.C. Oil from Centrifuge Residue (Lab. Experi.)
Siedeanalyse des Schwelöls aus Schleuderrückstand (Laborversuche).

	Without Sulfur ohne Zusatz	With Sulfur mit Schwefelzusatz
To bis 170°C	0,5 %	3,0 %
" 200°C	5,0 %	11,5 %
" 250°C	10,2 %	20,5 %
" 325°C	19,0 %	34,5 %
" 360°C	51,5 %	70,5 %
over über 360°C	48,5 %	29,5 %
Spec. Grav./50°	1,052	1,045
Viskosität/50°	5,09°E	3,37°E

Table 6.
Tabelle 6. (Vergl. S.4)

Boiling Analysis of L.T.C. Oil from Centrifuge Residue (Plant)
Siedeanalyse des Schwelöls aus Schleuderrückstand (Betrieb).

Initial Boil Siedebeginn	Without Sulfur (Ohne Zusatz - June 1941)		With Sulfur (mit S. Zusatz - July 1941)	
	Sample of 6-12. Probe v. 12.6.	Sample 6-14. Probe 19.6.	Sample of 7-25. Probe v. 25.7.	Sample 7-31. Probe 31.7.
	328°C	314°C	305°C	326°C
To bis 320°C	0,0 %	1,0 %	2,0 %	1,0 %
" 340°C	1,5 %	2,5 %	7,5 %	3,0 %
" 360°C	12,5 %	13,5 %	28,5 %	22,3 %
Spec. Grav./50°	1,060	1,069	1,059	1,062

Table 7

Tabelle 7 (Vergl. S. 4)

Aftercooler Oil-Boiling Analyses (Part)
Nachkühleröl-Siedeanalysen (Teil)

	<i>Without Sulfur</i> ohne Zusatz		<i>With Sulfur</i> mit Schwefelzusatz	
	sample of 7 Probe vom	sample of 7 Probe vom	sample of 7 Probe vom	sample of 7 Probe vom
280° - 330°	12.6.41	19.6.41	25.7.41	31.7.41
331° - 360°	18,5 %	16,5 %	26,31 %	29,0 %
-360° total	12,0 %	11,5 %	30,0 %	30,5 %
gesamt	30,5 %	28,0 %	56,3 %	59,5 %

Table 8

Tabelle 8 (Vergl. S. 4)

Nachkühleröl-Siedeanalysen.
Aftercooler Oil-Boiling Analyses.

	<i>Without Sulfur</i> ohne Zusatz		<i>With Sulfur</i> mit Schwefelzusatz	
	sample of 7 Probe vom	sample of 7 Probe vom	sample of 7 Probe vom	sample of 7 Probe vom
Initial Boil Siedebeginn	12.6.41	19.6.41	8.7.42	14.7.42
250° C	205° C	184° C	169° C	222° C
" 280°	34,8 %	33,5 %	59,5 %	15,0 %
" 300°	52,5 %	48,5 %	69,0 %	55,0 %
" 325°	58,0 %	56,0 %	72,0 %	72,0 %
" 340°	68,0 %	65,0 %	76,0 %	88,0 %
" 360°	73,0 %	67,5 %	80,0 %	94,0 %
	82,0 %	76,0 %	86,0 %	98,0 %

Table 9

Tabelle 9 (Vergl. S. 5)

Determination of Sulfur Content in Centrifuge Residue after various periods
Feststellung des Schwefelgehaltes im Schleuderrückstand nach mehreren
Versuchsstunden.

Beginn after nach	1 Stunde 2 Stunden 3 4 5 6 7 8	Experiment @ 130° C Versuch bei 130° C		Experiment @ 150° C Versuch bei 150° C	
		% S	% S	% S	% S
	1	4,0	3,69	4,0	3,34
	2	3,41	3,15	2,79	2,33
	3	3,15	2,91	1,95	1,63
	4	2,69	2,48	1,26	1,05
	5	2,29	2,01	0,80	
	6				
	7				
	8				

Table 10.

Tabelle 10 (Vergl. S. 6)

~~Comparison of Yield Results with Sulfur Additions and Add. of Sulfur + Soda~~
 Gegenüberstellung der Ausbeute-Ergebnisse bei Schwefelzusatz
 bzw. Schwefel + Soda-Zusatz

Comparison of Yields.

	without Additions ohne Zusätze			with Sulfur mit Schwefelzus.			with S + Soda mit S + Soda-Zus.		
	Oil Öl %	zinc Add. Verkok. Coking %	Verga- sung basis %	Oil Öl %	zinc Add. Verkok. Coking %	Verga- sung basis %	Oil Öl %	zinc Add. Verkok. Coking %	Verga- sung basis %
<u>Residue</u> Rückstand II mit: <u>% S + % Soda</u>	74,5	11,4	14,1	81,5	15,4	3,1			
1,2 + 1,8							78,9	12,9	8,2
0,9 + 1,35							81,8	13,4	4,8
1,0 + 1,0							78,4	14,6	7,0
0,6 + 1,0							78,5	16,2	5,3
0,2 + 1,0							78,3	15,6	6,4
0,6 + 0,9							81,5	15,0	3,5
0,6 + 0,5							82,4	14,7	2,9
0,3 + 0,5							82,0	14,8	3,2
0,9 + 0,3							84,6	7,1	8,3
0,6 + 0,3							84,0	5,5	10,5
<u>Residue</u> Rückstand I mit: <u>% S + % Soda</u>	82,8	11,8	5,4	90,2	6,6	3,2			
1,0 + 0,3							90,5	5,8	3,7
0,8 + 0,2							90,6	2,7	6,7
5,0 + 0,15							85,2	10,1	4,7
2,5 + 0,15							86,3	9,2	4,5
1,8 + 0,15							89,8	7,1	3,1
1,5 + 0,15							90,6	7,2	2,2
1,2 + 0,15							92,7	5,8	1,5
0,6 + 0,15							91,3	6,5	2,2
0,4 + 0,15							91,6	7,7	0,7
0,25 + 0,1							88,3	8,4	3,3
0,15 + 0,1							88,5	7,3	4,2

U. S. BUREAU OF MINES
HYDRO. DEMON. PLANT DIV.

KCBraun
4-2-47

INCREASING THE YIELD IN LOW TEMPERATURE CARBONIZATION

(See also T-110)

A. By Adding Thinning Oil to Catchpot.

By Hupfer & Leonhardt
Ludwigshafen, 21 April 1943

Experiments in Scholven have shown that the injection of thinning oil (catchpot heavy oil) into the hot catchpot changes the letdown composition so that the asphalt content is approximately 1/3 lower than that calculated with the thinning oil included (See Scholven reports of May 9th and December 16th, 1942). If the letdown is diluted only after it has left the catchpot, as is done in normal centrifuging, such a lowering of the asphalt content does not occur, according to the Scholven method of splitting A + B + C asphalts. Scholven explains the influence of the injection of thinning oil into the hot catchpot on the asphalt content in this manner, that components of the letdown are still held in solution, which otherwise flocculate in the undiluted letdown in the catchpot and are thereby changed so that they cannot be dissolved later.

In consequence of the reduction of asphalt in the letdown, Scholven observed an improvement in the L.T.C. yield from 65 to 73%, based on the oil in the letdown.

The Scholven results were tested in an experiment with K 1242 (Ben then-Helnitz), which was run to gasoline plus middle oil in a 10 liter converter with iron-sulfate, Bayermass and ammonium-chloride @ 600 atm. and 470°C.

In this test, the addition of thinning oil (catchpot heavy oil) to the catchpot was made in two (2) different ways. It was injected into the pressure equalizer of the catchpot once, and into the neutralizing vessel connected to the catchpot the other time.

The quantity of the thinning oil was proportioned so that a letdown with about 16% solids was obtained, i.e. the proportion of the letdown oil to catchpot heavy oil was the same as the normal in the centrifuge residue. The letdowns obtained were analyzed for solids and asphalt content, as usual, and were further carbonized (L.T.C.) in the Fischer retort. As a check similar tests were made on a normal letdown and are diluted to 17% solids. The results are tabulated below:

043a

Letdown	Th. oil inj. to neutral vessel	Th. oil inj. to press. equal	Diluted normal letdown	Normal Letdown
Benzol-Solids, %	11.2	17.8	17.0	20.3
Ash in whole, %	8.5	9.3	8.7	8.5
S-asphalt in whole, %	6.3	6.4	7.3	8.5
S-asphalt: ash	0.74	0.69	0.84	0.84
L.T.C. yield of oil in L.T.C. feed	83.1	82.5	82.0	77.1

The effect of a reduction in s-asphalt by the addition of thinning oil to the hot letdown under pressure was, therefore, verified, even though the asphalt reduction (about 17%) was not as great as in Schelven. By comparison, only a slight improvement in the L.T.C. yield was observed, which might be still within the range of possible errors.

Experiments in the Laboratory and in
the Plant to increase the Yield in
L.T.C. Oil in Low Temperature
Carbonization of Asphaltic Residues.

By Dr. Hogn & Dr. Hinz
Stettin-Pölitz
14 December 1942

In the low temperature carbonization at 530°C in the ball kiln a loss of 10 to 15% is generally suffered with pitch letdown and one of 20 to 30% with centrifuge residue from Silesian coal; the losses based on the oil obtained free of water and solids. The reason for the following experiments was the fact that various materials, added to the feed for other reasons, reduced the yield in L.T.C. products. This phenomenon led to the idea that the yield could probably also be increased by the addition of suitable substances, which either decreased the always observed additional coking of a part of the injected oil or decreased gasification.

Pitch letdown, obtained in the hydrogenation of bituminous coal tar pitch, was used first as feed material for the experiments, later centrifuge residue obtained in centrifuging coal hydrogenation letdown.

A. - Experiments with Pitch Letdown.

The work was taken up in our laboratory so that pitch letdown, also processed in the plant at the time, was carbonized in the Fischer L.T.C. retort. This material, with the addition of superheated steam, produced the following yield balance in the laboratory: 72.5% oil, 3.8% gasification, 23.7% additional coking.

043 b

To increase the yield, we started with alkali and earth alkali hydroxide catalysts and could clearly observe that the yield was reduced thereby, as e.g:

with Ca(OH) ₂ :	65.2%	oil,	5.8%	gasification,	29.0%	coking,
" NaOH :	60.2%	"	3.6%	"	36.2%	"

It was also found that oxides of copper, molybdenum, uranium, wolfram, chromium, nickel, and others, cause no effect. The same thing was observed in the L.T.C. of centrifuge residue with the given additions. Metals like copper, chromium, aluminum and alloys, of which Raney-Nickel seemed especially suitable, were out of place here.

Based on the idea that perhaps more oil is formed by the polymerization of the light constituents or that this might be obtained by dehydrogenation, and splitting of high asphaltic molecules, experiments were started with sulfur, selenium and tellurium, since these substances are frequently used as catalysts for the reactions just mentioned. A small increase in the yield in L.T.C. oil from pitch letdown was obtained, 2 to 2.5% with tellurium, 1 to 2% with selenium (red), and 0.5 to 1% with sulfur. Obviously, it could be maintained that such differences are within the range of possible errors, inasmuch as it was found that the yield was higher in the plant than in the laboratory, 72.5% oil in the laboratory against 83-88% in the plant. This difference may be explained by the fact that our materials were heated in the laboratory to 520°C at the rate of 5°C per minute and then carbonized in 1/4 hour, while in the plant the material reaches its final temperature much faster.

In order to eliminate this drawback and come closer to large scale plant operations, we have altered the Fischer retort so that the letdown or residue may be injected drop by drop into the retort already brought up to carbonizing temperature. It was hereby found that the yields in the plant and the laboratory are practically the same: 85.5% oil in the laboratory against 83-88% in the plant. For additions of sulfur, red selenium or tellurium the same slight increase in yield was obtained with the altered retort as before.

Though the increase in yield in the carbonization of pitch letdown was unimportant, another effect was observed here, as well as later, in the carbonization of centrifuge residue, i.e. the boiling analysis of the letdown treated without catalyst, compared to the sample treated with catalyst, shows a shift in favor of the middle oil fraction to 300°C. Then, however, the product obtained from pitch letdown treated with catalyst becomes heavier. (See Table 1)

B. Experiments with Centrifuge Residue

After these first experiments with pitch letdown only centrifuge residue from coal hydrogenation was carbonized, also with the altered retort and with superheated steam. With 110 g feed carbonization was limited to 75 minutes with subsequent additional 10 minutes. A series of experiments on the influence of the carbonization temperature indicated that the optimum yield was obtained at 530°C, i.e. at the same temperature used in the plant. (See Table 2).

Experiments were made with four (4) samples, designated I, II, III & IV, taken from the plant on the dates indicated:

I	24 June 1941,	40.5% solids,	spec. grav.	1.340
II	23 July 1941	39.5% "	" "	1.350
III	23 Oct. 1941	41.5% "	" "	1.334
IV	25 Nov. 1941	33.0% "	" "	1.243

The results obtained in the carbonization of pitch letdown with catalyst additions were also obtained with centrifuge residue sample I, i.e. alkali or earth alkali hydroxide, metallic oxide, metals and heavy metal salts were a complete failure. We, therefore, worked principally with sulfur and other admixtures to residues II and III.

The slight increase in yield obtained in carbonizing pitch letdown with the addition of sulfur was also obtained here, though to a greater degree, as shown in the comparison of yields with and without the addition of sulfur in the carbonization of samples I, II and III in Table 3. Residue IV was not used for these sulfur experiments, but was carbonized with other additions, later described herein. As to the percentage of sulfur admixture we found that 1.2% is the upper limit. Further addition will do no harm but is useless. Below 1.2% the yield will drop again. (See Table 4)

While we were still experimenting with the residues in the laboratory the plant started to add catalyst to material to be carbonized in July 1941. The laboratory results were herein confirmed, the average yield in June 1941 was 71.5% oil against 79.5% in July. As already mentioned, in the carbonization of pitch letdown it was noted that the addition of sulfur raises the middle oil content, but that above 300°C the oil with sulfur addition becomes heavier. Similar conditions apply to L.T.C. oil from centrifuge residue, except that the entire quantity of the product to 360°C treated with sulfur is increased, as shown in the boiling analysis, Table 5. Table 6 gives results obtained in the plant.

The higher initial boiling point obtained in the laboratory experiments is due to the fact that the aftercooler oil was not treated separately in these experiments, which was done in the plant experiments. The aftercooler oil analyses show more constituents in the fractions between 280 and 360°C with sulfur additions than without sulfur. (See Table 7).

Fluctuations were observed in the fractions below 280°C. Presently more light constituents were present without addition, which, however, could be charged against our condensation difficulties at the start, particularly with the aftercooler oil, because the still lighter constituents could not be fully liquefied in the catalyst treatment. Recently, conditions here are the same as in the laboratory. (See Table 8).

At times, the yield in the large scale plant experiments would drop, contrary to results in the laboratory with the same material. At first we assumed that the sulfur reacts immediately when added to the residue and is no longer present, or in insufficient quantity, at the entrance to the carbonizing kiln. It was found that temperatures of 70 to 90°C caused a barely perceptible H₂S formation, and that at 110°C traces were observed in treatments up to

eight (8) hours. However, at temperatures of 130 to 150°C, i.e. the temperatures used in the plant, a greater decrease in sulfur content could be observed, from 4.0 to 0.8% in 8 hour treatments @ 150°C. The experiments were made gravimetrically quantitative, wherein the H₂S was collected hourly as PbS and weighed after conversion into PbSO₄. Table 9 shows the sulfur content after the given time periods. Accordingly, roughly 50% of the sulfur is converted to H₂S after eight (8) hours @ 130°C and roughly 80% @ 150°C.

These experiments induced an investigation in the direction of adding H₂S instead of sulfur to the residue with the result that H₂S is rather somewhat more effective than sulfur:

Residue II, with sulfur,	81.5% oil + 3.0%
"	- 4.5%
" H ₂ S	82.6% " +
	- 0.4%

The above mentioned drop in the L.T.C. yield in large scale operations was, therefore, not due to decomposition of sulfur, but, as we know today, a drop always occurs when the kilns are recycled for lack of feed or because of repairs and are, therefore, shut off and turned on alternately.

These experiments in the laboratory, as well as in the plant, show that the addition of sulfur, as well as selenium and tellurium, increases the oil yield, if superheated steam is used, and that the formation of H₂S in the storage container does no harm. The chemistry of the reaction may even be based on the formation of H₂S which may possibly be converted to split products at the carbonization temperature. For operating reasons, it was also desirable to add soda and sulfigran to the residue in plant operations. However, laboratory experiments with soda showed that the yield is reduced thereby. For example, residue II without any addition yielded 74.5% oil, with 1% soda only 72.0%.

On the contrary, the case is different, if part of the sulfur is replaced by soda. By properly proportioning both, the negative effect of soda can be controlled so that at least the same yield, at times even higher, is obtained as with pure sulfur.

Table 10 gives a picture of the conditions and shows that with 0.15 to 0.3% soda and 0.9 to 1.2% sulfur, based on the centrifuge residue, gives at least the same results as without soda and with sulfur alone.

These experiments were followed by those with additions of sulfigran to the residue, which showed that the yield is increased when small quantities are used, but that larger quantities, above 1.3%, do not affect the yield either way. Sulfigran ranging between 0.3 and 0.9% produced the same yield as sulfur alone, but with 1.3% sulfigran and more the yield approached that without any catalyst. Accordingly, sulfigran may be added without misgivings, particularly since, at times, the yield is even better, when it is used together with sulfur, than with sulfur alone, as with residue II. When using 0.3 to 0.6% sulfigran and 0.9% sulfur, based on the residue, the yield is

83.0 to 84.5%, compared with 81.5% for sulfur alone.

However, conditions are somewhat different with our residue III. The yield here is 82.8% without sulfur, 90.2% with sulfur, but with sulfur plus sulfigran only 86.5% i.e. 4% more than without any catalyst but 4% less than with sulfur alone.

To close the series of experiments we investigated a combination of sulfur, soda and sulfigran. This showed that with not too great an excess of soda and sulfigran the same yields as with sulfur alone may be obtained. This was also tried in the plant by running one kiln part time without a catalyst, with the following results:

Jan. 16 & 19, '42,	76.5%	oil yield without catalyst
" 12 & 15, '42,	87.9%	" " " with "
" 20 & 22, '42,	86.5%	" " " " "

The composition of the catalyst was:

0.27% soda)	
0.30% sulfigran)	Based on the residue.
0.30% sulfur)	

Which again proves that laboratory and plant agree with each other and that the effect of sulfur is retained with the desired addition of soda and sulfigran.

C - Summary

The entire series of experiments and experiences in the plant definitely showed that with our centrifuge residue the yield is always increased 5 to 10% by adding sulfur and superheated steam, particularly when the sulfur is added, together with soda and sulfigran, in the form of a 20 to 25% paste, as was shown in the latest experiences.

/pk1

043 f

TABLE 1

Boiling analysis of the L.T.C. oil
from nitch letdown

	Without Catalyst	With Catalyst
to 250°C	1.8 %	3.2 %
251 " 300°C	2.5 %	7.6 %
301 " 345°C	26.1 %	24.8 %
346 " 360°C	48.9 %	36.8 %
over 360°C	51.1 %	63.2 %

TABLE 2

Carbonization Temperatures	450°C	470°C	490°C	510°C	530°C	540°C
Oil Yield	60.8 %	67.1 %	69.5 %	73.9 %	75.0 %	73.1 %
Additional Coking	34.8 %	28.3 %	24.8 %	17.6 %	18.5 %	18.4 %
Gasification	4.4 %	4.6 %	5.7 %	3.5 %	6.5 %	8.5 %

TABLE 3

Comparison of Yields in Carbonization of Centrifuge Residue with and without Sulfur.

Sample	Yield without sulfur				Yield with sulfur			
	% Oil	% Add. Coking	% Gasification	Deviation	% Oil	% Add. Coking	% Gasification	Deviation
I	74.9	19.0	6.1	+ -0.1	83.0	8.7	3.3	+ -1.5
II	74.5	11.4	14.1	+2.6 -1.7	81.5	15.4	3.1	+3.0 -4.5
III	82.3	11.8	5.4	+1.2 -1.2	90.2	6.6	3.2	+1.3 -1.2

043g

TABLE 4

Investigations to determine the optimum amount of sulfur

Residue	Without Sulfur	With Sulfur	
II	74.5 % Oil	0.3 % S	79.0 % Oil
		0.6 % "	79.0 % "
		0.9 % "	81.2 % "
		1.2 % "	84.5 % "
III	82.8 % Oil	4.0 % "	85.0 % "
		0.5 % S	89.9 % Oil
		1.2 % "	90.95 % "

TABLE 5

Boiling Analysis of L.T.C. Oil from Centrifuge Residue (Lab. Experiment)

	Without Sulfur	With Sulfur
to 170°C	0.5 %	3.0 %
" 200°C	5.0 %	11.5 %
" 250°C	10.2 %	20.5 %
" 325°C	19.0 %	34.5 %
" 360°C	51.5 %	70.5 %
Over 360°C	48.5 %	29.5 %
Spec. Grav./50°	1.052	1.045
Viscosity/50°	5.09 cP	3.37 cP

TABLE 6

Boiling Analysis of L.T.C. Oil from Centrifuge Residue (Plant)

	Without Sulfur (June 1941)		With Sulfur (July 1941)	
	Sample of 6-12	Sample 6-19	Sample of 7-25	Sample 7-31
Initial Boil	323°C	314°C	305°C	326°C
to 320°C	0.0 %	0.0 %	2.0 %	1.0%
" 340°C	1.5 %	2.5 %	7.5 %	3.0%
" 360°C	12.5 %	13.5 %	28.5 %	22.3%
Spec. Grav./50°	1.060	1.069	1.059	1.062

043 L

TABLE 7

Aftercooler Oil - Boiling Analyses (Part)

	Without Sulfur		With Sulfur	
	Sample of 6-12-41	Sample of 6-19-41	Sample of 7-25-41	Sample of 7-31-41
280° - 330°	18.5 %	19.5 %	26.3 %	29.0 %
331° - 360°	12.0 %	11.5 %	30.0 %	30.5 %
360° Total	30.5 %	28.0 %	56.3 %	59.5 %

TABLE 8

Aftercooler Oil - Boiling Analyses.

	Without Sulfur		With Sulfur	
	Sample of 6-12-41	Sample of 6-19-41	Sample of 3-8-42	Sample of 3-14-42
Initial Boil	205°C	134°C	169°C	222°C
to 250°C	34.5 %	33.5 %	59.5 %	15.0 %
" 280°C	52.5 %	43.5 %	69.0 %	55.0 %
" 300°C	58.0 %	55.0 %	72.0 %	72.0 %
" 325°C	68.0 %	65.0 %	76.0 %	88.0 %
" 340°C	73.0 %	67.5 %	80.0 %	94.0 %
" 360°C	82.0 %	76.0 %	86.0 %	98.0 %

TABLE 9

Determination of Sulfur Content in Centrifuge Residue after various periods.

	Experiment at 130°C	Experiment at 150°C
Beginning	4.0 % S	4.0 % S
After 1 hour	3.69 %	3.34 %
" 2 hours	3.41 %	2.79 %
" 3 "	3.15 %	2.33 %
" 4 "	2.91 %	1.95 %
" 5 "	2.69 %	1.63 %
" 6 "	2.48 %	1.26 %
" 7 "	2.29 %	1.05 %
" 8 "	2.01 %	0.80 %

043 i

TABLE 10
Comparison of Yields

	Without Additions			With Sulfur			With S + Soda		
	Oil %	Add. Coking %	Gasif. %	Oil %	Add. Coking %	Gasif. %	Oil %	Add. Coking %	Gasif. %
Residue II with % S + % Soda	74.5	11.4	14.1	81.5	15.4	3.1			
1.2 + 1.8							78.9	12.9	8.2
0.9 + 1.35							81.8	13.4	4.8
1.0 + 1.0							78.4	14.6	7.0
0.6 + 1.0							78.5	16.2	5.3
0.2 + 1.0							78.3	15.6	6.4
0.6 + 0.9							81.5	15.0	3.5
0.6 + 0.5							82.4	14.7	2.9
0.3 + 0.5							82.0	14.8	3.2
0.9 + 0.3							84.6	7.1	8.3
0.6 + 0.3							84.0	5.5	10.5
Residue III with % S + % Soda	82.8	11.8	5.4	90.2	6.6	3.2			
1.0 + 0.3							90.5	5.8	3.7
0.8 + 0.2							90.6	2.7	6.7
5.0 + 0.15							85.2	10.1	4.7
2.5 + 0.15							86.3	9.2	4.5
1.8 + 0.15							89.8	7.1	3.1
1.5 + 0.15							90.6	7.2	2.2
1.2 + 0.15							92.7	5.8	1.5
0.6 + 0.15							91.3	6.5	2.2
0.4 + 0.15							91.6	7.7	0.7
0.25 + 0.1							88.3	8.4	3.3
0.15 + 0.1							88.5	7.3	4.2

0437

Corr. Metallurg - 3

7-315
K13

Zur Frage der Verstickung von Chromstählen bei der
katalytischen Druckhydrierung:

Notiz über Untersuchung eines N 10-Werkstückes.

Zusammenfassung:

Bei einem Ofen aus N 10-Material, der einige Monate als 700 atm-Sumpphase- sowie Gasphase- (Aromatisierung) Ofen in Betrieb gewesen war, wurde eine Erhöhung des Stickstoffgehaltes des Materials um etwa 0,2 % in einer Oberflächenschicht von etwa 0,5 mm gefunden. Eine oberflächliche Verarmung an Vanadin war nicht eingetreten. Die N-Aufnahme stellt nur einen Bruchteil der unter Hydrierbedingungen maximal möglichen dar. An einem Vorheizrohr aus Welheim, das 3 Jahre in Betrieb war, wurde ein noch wesentlich höherer Stickstoffgehalt in der Oberfläche gefunden.

Im Zusammenhang mit der Frage nach der Möglichkeit der Verstickung von Chromstählen bei der katalytischen Druckhydrierung als Ursache von Betriebsstörungen wurde ein 40-ltr.-Ofen aus N 10-Material untersucht, der bei 510° und 650 atm durch H₂-Bildung in der Nähe einer Schweißstelle (eingeschweißter Ausgangsstutzen) undicht geworden war. Der betreffende Ofen war in der Kammer 703 etwa 2-3 Monate als 700 atm-Sumpphaseofen und 1 1/2 Monate als 700 atm - Aromatisierungs-ofen gelaufen, als die Störung eintrat. Die H₂-Bildung ist vermutlich auf zu hohe Härte des Materials vor der Verarbeitung und das Unterbleiben einer Nachvergütung nach dem Einschweißen des Stutzens zurückzuführen.

Die Probenahme von der Innenwand geschah nach mechanischer Reinigung der Oberfläche durch Abhebeln von 4 aufeinanderfolgenden Schichten von je 0,2 mm Dicke. Diese 4 Proben wurden in Oppau nach der Kjeldahl-Methode analysiert mit folgendem Ergebnis:

1. Schicht	0,030 % N	0,82 % V
2. "	0,029	0,80
3. "	0,011	0,77
4. "	0,007	0,89
Außenwand	0,008 % N	(etwa 0,8 % V).

Es ist also deutlich eine Stickstoffanreicherung von über 0,02 % in einer Oberflächenschicht bis zu einer Eindringtiefe von etwa 0,5 mm festzustellen, während eine oberflächliche Verarmung des Werkstückes an Vanadin nicht eingetreten ist. Die Stickstoffzunahme hat nach Prozentgehalt noch nicht den maximal möglichen Wert erreicht (vgl. Ber. 18 622 i Dr. Reitz vom 10. Mai 41, wonach ein N-Gehalt bis etwa 0,8 % bei einer Tiefe bis zu etwa 0,2 mm möglich ist). Die Gesamtbetriebszeit des Ofens (s.o.) war bedeutend kürzer als bei Öfen der Großtechnik, so daß dort mit noch höheren Stickstoffaufnahmen zu rechnen ist.

Nach Angabe von Dr. Glaf (Materialprüfung Lu) ergab eine Untersuchung des in Welheim geplatzten Vorheizrohr aus N 10 (s. Ber. 18 622 i Dr. Reitz v. 10. Mai 41) in der Oberfläche der Innenwand 0,18 % N_2 , also eine noch wesentlich größere Zunahme des N_2 -Gehaltes entsprechend einer wesentlich längeren Betriebszeit von etwa 3 Jahren. Bei Krupp wurde an dem gleichen Werkstück ein N_2 -Gehalt in der Oberflächenschicht von sogar 0,3 % bestimmt. Der Unterschied zwischen beiden Angaben ist möglicherweise auf eine verschiedene Dicke der entnommenen Oberflächenprobe zurückzuführen. Weitere Untersuchungen sind in der Materialprüfungsstelle Lu im Gange.

gez. Reitz

Gemeinsam mit
Dr. Dinkler

0,04 % in einer Oberflächenschicht bis zu einer Eindringtiefe von etwa 0,05mm festzustellen, während eine oberflächliche Verarmung des Werkstückes an Vanadin nicht eingetreten ist. Die Stickstoffzunahme hat sowohl nach Prozentgehalt als auch nach Eindringtiefe noch nicht den maximal möglichen Wert erreicht (vgl. Ber. 18 6221 Dr. Reitz v. 10. Mai 41, wonach ein N-Gehalt bis zu 0,8 % bei einer Tiefe bis zu 0,2 mm möglich ist). Die Gesamtbetriebszeit des Ofens (s.o.) war bedeutend kürzer als bei Ofen der Großtechnik, so daß dort mit noch höheren Stickstoffaufnahmen zu rechnen ist. Zu den oben angeführten N-Bestimmungen muß bemerkt werden, daß auch der Gehalt der 3. und 4. Schicht mit 0,04 etwa das Doppelte des normalen N-Gehaltes von N 10 betragen würde, daß aber möglicherweise alle N-Werte infolge der Verwendung von nicht genügend NH_3 -freien Reagenzien etwas zu hoch erhalten werden. Eine Nachprüfung ist im Gange.

gez. Reitz

Gemeinsam mit
Dr. Dinkler.

Nachtrag: Nach Angabe von Dr. Claß (Materialprüfung Lu) ergab eine Untersuchung des in Welheim geplatzen Vorheizkrümmers aus N 10 (s. Ber. 186221 Dr. Reitz v. 10. Mai 41) in der Oberfläche der Innenwand 0,18 % N_2 , im Innern dagegen nur 0,06 % N_2 , also eine noch wesentlich größere Zunahme des N_2 -Gehaltes. Bei Krupp wurde an dem gleichen Werkstück ein N_2 -Gehalt in der Oberflächenschicht von sogar 0,3 % bestimmt. Der Unterschied zwischen beiden Angaben ist möglicherweise auf eine verschiedene Dicke der entnommenen Oberflächenprobe zurückzuführen. Weitere Untersuchungen sind in der Materialprüfungsstelle Lu im Gange.

KCBraun
4-10-47

Nitrification of Chromium Steels
in Catalytic Pressure Hydrogenation
By Dinkler & Reitz, Ludwigshafen, 12 July 1941

Summary

In a converter of N10 alloy steel which had been operating for some months in 700 atm liquid as well as vapor phase (aromatization), an increase in the nitrogen content of abt. 0.2% was found in a surface layer of abt. 0.5 mm depth. A surface impoverishment of vanadium could not be detected. This absorption of nitrogen represents only a fraction of the maximum possible under conditions of hydrogenation. In a preheater tube, in service for 3 years at Welheim, a much greater nitrogen content was found in the surface layer.

In connection with the question into the possibility of nitrification of chromium steels in catalytic pressure hydrogenation as a cause of trouble in operation, we examined a 40 liter converter of N10 steel, which had cracked near a weld (welded-on outlet nipple) at 510° C and 650 atm. The converter in question had been operated in Stall 703 for 2-3 months at 700 atm in the liquid phase and 1-1/2 months at 700 atm in aromatization when the trouble occurred. The crack was presumably due to excessive hardness of the material before fabrication and neglected heat treatment after welding.

After mechanically cleaning the surface, samples were taken from the inner wall by planing off 4 successive layers each 0.2 mm thick. These 4 samples were analyzed in Oppau by the Kjeldahl method, with the following results:

1. layer, 0.030%N, 0.82%V
 2. " , 0.029 , 0.80
 3. " , 0.011 , 0.77
 4. " , 0.007 , 0.89
- outer wall, 0.008%N, (abt. 0.8%V).

A nitrogen enrichment of over 0.2% in the surface layer penetrating to a depth of abt. 0.5 mm, is, therefore distinctly noticeable, while no deterioration in the vanadium content of the surface layer occurred. This absorption of nitrogen is still below the maximum possible. Compare Report 18622, by Dr. Reitz, of 10 May 1941, according to which a nitrogen content up to about 0.8% in a depth up to about 0.2 mm is possible. The overall operating time of this converter, see above, was much shorter than with industrial size converters, so that a still greater nitrogen absorption must be figured on.

According to Dr. Class of the materials testing laboratory at Ludwigshafen, an examination of the burst N10 preheater tube from Welheim showed 0.18% N₂ in the surface layer of the inner wall. This represents a much greater increase in N₂-content, corresponding to the much longer

operating period of about 3 years. The same tube was examined at Krupp Works, where an N₂-content of 0.3% was found in the inner surface layer. The difference between these figures is probably due to a difference in the thickness of the layers from which the samples were taken.

/flp

0.47%

Corr. Metall-12

T-263
K25

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Vorstand: Hermann Scholtz, Vorsitz; Fritz Gajewski, Heinrich Hürlimann, August v. Kaleriem, Carl Kranch, Fritz ter Meer, Christian Schneider, Georg v. Scholtz; Vorsitz des Aufsichtsrats: Carl Bosch; Otto Ambros, Max Brüggemann, Ernst Dürig, Heinrich Düvelsch, Bernhard Döhl, Paul Haslinger, Max Jäger, Constantin Jacobi, Friedrich Jähne, Hans Köhler, Carl L. Lautenschläger, Wilhelm R. Mann, Heinrich Oster, Wilhelm Otto, Otto Scharf, Hermann Walbel, Hans Walther, Edward Weber-Andreas, Carl Weyster

DRAHTWORT: Anilinfabrik Ludwigshafen
FERNSPRECHER: Nr. 6496
BAHNSTATION: Ludwigshafen (Rhein) Anilinfabrik
GESCHAFTSZEIT: 8-17 Uhr, Samstags 8-13 Uhr
KONTEN: Reichsbank-Giro-Konto, Postscheckkonto Nr. 5816 Ludwigshafen a. Rh.

Gelsenberg
Pöhlitz
Wesseling
Ruhröl
Oberschlesien

Zurück an
Verzinsener Dir. Dr. F. W.

Hobby

Ihre Zeichen: _____ Ihre Nachricht vom: _____
Unsere Zeichen (bei Antwort anzugeben): HOCHDEUCKVERSUCHS 2/Im 598
LUDWIGSHAFEN, A. RH. den 2. April 1941 Sch/Pr

Betreff: Erfahrungsaustausch
N 10-Material

Wie Anlass verschiedener in der letzten Zeit an 700 mm-Röhren und Formstücken aufgetretener Mängel wurden in einer Besprechung im Reichsamt, an der Vertreter sämtlicher das N 10-Material herstellender Firmen teilnahmen, die Behandlungsvorschläge für das N 10-Material nochmals genau festgelegt, es wurde auch auf die Folgen hingewiesen, die bei Mangel an Sorgfalt in der Herstellung entstehen können.

In der Anlage übersenden wir Ihnen diesen Besprechungsbericht.

Inzwischen haben interne Besprechungen unserer Technischen Abteilung stattgefunden. Die Berichte wurden, soweit unverzüglich möglich, zusammen mit einer Einladung zu einer der nächsten Woche hier stattfindenden Besprechung, in der sämtliche das N 10-Material betreffende Bausätze zu besprechen sein sollen.

Hochachtungsvoll

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT



79M36/40

348

Bei allen zu Bruch gegangenen Rollen und Formstücken aus H10-Werkstoff haben Vergütungsschäden (wie oben, ausserhalb der Abnahmegrenze liegende Härte, ungleichförmige Härte, Eigenspannungen, mangelhafte Zähigkeit) einen bedeutenden Anteil, so daß die Vergütungsvorschrift je nach den Einrichtungen der Hüttenwerke neu festgelegt werden muß.

Da die Betriebsbedingungen in den verschiedenen Hüttenwerken eine einwandfreie Luftvergiftung in bewegtem Luftstrom nicht gewährleisten, muß der Frage der Ölvergiftung nähergetreten werden, welche jetzt möglich ist, da die Anforderungen an die Warmdauerstandfestigkeit (Senkung der Berechnungstemperatur von 550°C auf 520°C) herabgesetzt worden sind.

Nach den Schilderungen der Hüttenwerke kann nur Mannesmann durch Schaffung einer neuen Vorrichtung die Gewähr für eine einwandfreie Luftvergiftung im Luftstrom geben. Alle anderen Werke plädieren für eine Ölvergiftung, um eine sichere Härterung und gleichmäßige Härteverteilung zu erzielen. Es wurden folgende Vergütungsvorschriften vereinbart:

I Vergütungsvorschriften.

A) Schmiedestücke und Wollwandrolle.

- 1.) Vergütungstemperatur: $1020 - 1050^{\circ}$
- 2.) Abkühlung: In dem Intervall von $800 - 600^{\circ}$ mit mindestens 25° p. Min. Da erreichende Abschreckwärme rund 500 Br. Grenzen je nach Kohlenstoffgehalt.

3.) Anlassen:

- a) bei Luftabschreckung $740 - 780^{\circ}$ 4 Stunden, zu erreichende Härte $230 - 270$ Br.
- b) bei Ölabschreckung $720 - 760^{\circ}$ 6 Stunden, zu erreichende Härte $200 - 240$ Br.

B) Baurolle.

- 1.) Abschrecken wie oben.
- 2.) Anlassen $680 - 700^{\circ}$ 8 Stunden, $220 - 250$ Br.

II. Abnahme- und Lieferverordnungen.

1.) Mindeststreckgrenze fällt als Abnahmewert fort. Zugversuch und Kerbschlagproben dienen im wesentlichen als Stützeprüfung zur Feststellung der Charaktereigenschaften.

2.) Bereits vergütete Stücke kommen mit den alten Härten zur Ablieferung, soweit sie 260 Br nicht übersteigen. Beim Messen der Kugelhärte ist auf Entfernung der Weichhaut besonders zu achten. Bei Schmiedestücken und gebohrten Rohren wird in der Regel das Abschleifen von 2 mm angedeutet. Bei gewalzten Rohren ist noch tiefer abzuschleifen.

Die Kugelhärte ist bei Rohren zunächst an beiden Enden und in der Mitte, an mehreren Stellen des Umfanges, an mehreren Stellen des Längenschnittes vorzunehmen. Bei gewalzten Rohren sind mehrere Kugeldrucke entsprechend zu verteilen.

3.) Bei gewalzten Rohren muß die entkohlte Innenschicht (Weichhaut) durch Ausbohren entfernt werden. Über die Stärke der auszubohrenden Schicht werden in den einzelnen Werken noch Messungen durchgeführt.

4.) Weitere Vereinbarungen werden zwischen den Herren der I.G. und den Lieferwerken möglichst schnell im Einvernehmen getroffen auf dem Markt schriftlich festgelegt. Diese Absprachen werden durchgeführt, nachdem die ersten Ergebnisse nach den alten Lieferverordnungen vorliegen. Die einzelnen Werke verbinden die ihnen zuzurechnenden Lieferwerke mit Lieferwerken und Leuten.

Daneben wird innerhalb der I.G. die Möglichkeit der Abnahme von R10 gegen R27 erörtert, damit die Abnahme von R27 in den vorgedruckten Lieferverordnungen auf dem Markt festgelegt werden kann.

051

HEAT TREATMENT & DELIVERY SPECIFICATION FOR N-10 MATERIAL

By D.I. Obenaus, Ludwigshafen, 1. April, 1941.

Defective heat treatment, such as too great and non-uniform hardness, insufficient toughness, or inherent stresses, are an important cause of all breaks in pipes and fittings, so that specifications for heat treatment must be reformulated to suit the equipment of the steel works.

Because operating conditions in the various steel works do not guarantee a satisfactory air hardening in a moving-air stream, the question of oil hardening must be further examined. This is now possible, since the temperature at which the creep strength is to be calculated has been lowered from 560 to 520°C.

According to representations by the steel works, only Mannesmann can guarantee a satisfactory tempering in an air stream. All other works plead for an oil temper to obtain assured and uniform hardness.

The following specifications were agreed upon with representatives of the various suppliers of N-10 material:

I. Heat Treating Specifications.

A). Forgings and full-wall tubes:

- 1). Tempering temp.: 1020-1050°C.
- 2). Cooling: In the interval betw. 800 & 600°C at least 25°/min.
Required hardness, abt. 360 Brinell, limits depending upon the carbon content.
- 3). Annealing:
 - a) quenching in air, 740-780°C, 4 hrs.
required hardness, 180-220 Brinell.
 - b) quenching in oil, 720-760°C, 4 hrs.
required hardness, 200-240 Brinell.

B). Upset tubes:

- 1). Quench as above.
- 2). Anneal: 680-700°C, 6 hrs; 220-260 Brinell.

II. Acceptance & Delivery Specifications.

- 1). Minimum yield point is eliminated as acceptance value. Breaking and notched bar impact tests are essentially toughness tests to determine the characteristics of the heat.
- 2). Pieces already heat treated are delivered with the former hardnesses, insofar as they do not exceed 260 Brinell. When measuring the ball pressure hardness, particular care must be taken to remove the soft skin. With forgings and bored tubes, grinding off 2 mm will, as a rule, suffice. Rolled tubes must be ground deeper. For the present, the ball pressure hardness is to be measured on both ends and in the middle, at several points on the circumference, until more tests results are available. With forgings, several ball pressure points should be suitably distributed.
- 3). With rolled tubes, the decarbonized inner layer (soft skin) must be bored out. Measurements are still being made in the individual works to determine the thickness of the layer to be removed.
- 4). Further agreements between I.G. and the suppliers will be formulated in writing as quickly as possible in individual discussions with their respective representatives. These discussions will be held as soon as the first results of tests based on the new delivery specifications are available. The individual works will determine the terms agreeable to them with Ludwigshafen and Louna.

The possibility of interchanging N10 and NSV will be further discussed within I.G., so that the heat treatment of NSV may be determined in the above named discussions with the suppliers.

Correspondenz-13

T-373

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

DRAHTWORT
Anlaufabrik
Ludwigshafen

FERNSPRECHER
6498

GESCHAFTSZEIT
8-17 Uhr,
Samstags 8-13 Uhr

BESUCHE
9-12 Uhr, außer
Montags u. Samstags

Scholven
Gelsenberg
Pöhlitz
Welheim

Kilby

Ihre Zeichen Ihre Nachricht vom Unsere Nachricht vom Unsere Zeichen LUDWIGSHAFEN A. RH.
NOCHDRUCKVERSUCHE 2. Februar 1942
B/lu 558 Scha/Pr.

Betreff Erfahrungsaustausch

Untersuchung der Korrosion durch
Abtreiferprodukte der Steinkohlenhydrierung.

In der Anlage übersenden wir Ihnen den Bericht der
Ammoniakwerk Borsburg G.m.b.H., Leuna Werke, vom 14.10.1941
über

„Untersuchung der Korrosion durch Abtreiferprodukte
der Steinkohlenhydrierung.“

Heil Hitler!
I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

1 48.453

10771/374

052



4227 2317-20M-491/909011B
17/0267

Konten Reichsbank-Oligo Ludwigshafen a. Rh. 51/02

Postcheck Ludwigshafen a. Rh. 5010

Abdruck/Pr.

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Materialprüfungsbetrieb Nr. 175

Auftrag
Nr. 39/5933 (40)

Leuna Werke,
den 14. Oktober 1941. Ko.

Untersuchung
der
Korrosion durch Abstreiferprodukte der Steinkohlenhydrierung.

A = 5 kg Steinkohle-Abstreiferöl
B = 5 kg Steinkohle-Abstreiferwasser

Aufgabe:

Es sollte die Möglichkeit des Auftretens interkristalliner Korrosion durch die eingesendeten Produkte geprüft werden.

Kurzes Ergebnis:

Auf der Anlage sind die Resultate der Versuche mit normalen Korrosionsproben und Blockproben zur Feststellung der interkristallinen Korrosion zusammengestellt. Die allgemeine Korrosion ist sehr gering, daher liegt das Auftreten interkristalliner Risse nahe. Diese ist in der Versuchszeit nur im Abstreiferwasser bei 50° aufgetreten, unter den übrigen Bedingungen ist die Gefahr des Auftretens interkristalliner Risse zu mindest sehr gering.

Materialprüfungsbetrieb Nr. 175
Laboratorium für
Korrosionsuntersuchungen.

Anlage:

1 Tabelle

653

Anlage

Korrosionsversuche (Abnahme mm/Jahr)	Abstreif- ferfl 60°C	Abstreiferwasser			im Auto- klay. 80°C	Bemerkun- gen
		60°C	40°C	Zim.- Temp.		
1. Woche	0,003	0,000	0,001	0,001		
2. Woche	0,002	0,000	0,000	0,000		
3. Woche	0,001	0,001	0,000	0,000		
4. Woche	0,002	0,000	0,000	0,000		
Endwert	0,002	0,001	0,001	0,002		
<u>Laugenbrüchigkeit:</u>	168,168	21,21				rate Lie-
<u>Versuchszeit in</u>	168,168	21,21				ferung
<u>Tagen; gebrochene</u>	112,98	14,14	147,147		147,140	Lieferung
<u>Proben sind unter</u>	112,98	14,14	147,147		140,140	über
<u>strichen</u>		28,42				Ne 340

054

Corrosion by Cold Catch Pot Products of
Bituminous Coal Hydrogenation
Materials Testing Laboratory, Leuna, 14 October 1941

Problem:

To investigate the possibility of intercrystalline corrosion on
2 samples,

A = 5 kg. bit. coal catch pot oil,
B = 5 kg. " " " " water.

Results:

The attached table shows the results of experiments on standard corrosion specimen and block specimen to determine intercrystalline corrosion. The general corrosion is very slight, but the occurrence of intercrystalline cracks is suggested. This occurred during the experiments only in the catch pot water at 60° C. Under other conditions the danger of intercrystalline cracks is very slight.

Corrosion Tests (Reduction mm/ann.)	Catch Pot Oil 60°C	Catch Pot Water			in Autoclave 80°C	Remarks
		60°C	40°C	Room temp.		
1. Week	0.003	0.000	0.001	0.001		
2. " "	0.002	0.000	0.000	0.000		
3. " "	0.001	0.001	0.000	0.000		
4. " "	0.002	0.000	0.000	0.000		
Final Value	0.002	0.001	0.001	0.002		
Lye Brittleness	168,168 168,168	21,21 21,21				First Shipment
Test time in days. Broken specimen are underlined	112, 98	<u>14,14</u> <u>28,42</u>	147,147		147,140 140,140	Shipment fr. No. 340

Translated.
327
Corrosion and Metallurgy #15 ✓

68

Zurück an

Gelsenberg Benzin



AG-Gesellschaft

An die
I.G. Farbenindustrie A.-G.
Hochdruck-Versuche

Anschrift: Gelsenkirchen, Postfach 15
Ortswort: Gelsenkirchen
Fernsprecher: Gelsenkirchen 37251

Ludwigshafen am Rhein

RB-Nr. O/0530/0033

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

In der Antwort angeben:
Unsere Zeichen

TA/N/v.D.

Unter Nummer

8214

Gelsenkirchen

9.6.44 Wg

Betreff:

Erfahrungsaustausch.

Interkristalline Korrosion von Rohrleitungen.

Seit Inbetriebnahme unseres Werkes beobachten wir bei verschiedenen Ölleitungen nach einer Betriebsdauer von 1/2 - 1 Jahr Undichtheiten, die von Rissen entstehen, die durch die ganzen Rohrwandstärken gehen. Eingehende Untersuchungen haben ergeben, daß es sich zweifellos um interkristalline Korrosion handelt. Bevorzugt treten diese Schäden in der Nähe von Schweißstellen und an der Außenseite von Rohrbögen auf. Die schadhaft gewordenen Rohre haben meist 150 mm l.W. und sind aus handelsüblichem Stahl (St. 35.29) gefertigt. Der Angriff tritt besonders bei Kohleabstreifer, jedoch auch bei B-Mittelöl-führenden Leitungen auf. Auf Grund eingehender Untersuchungen kann mit Bestimmtheit angenommen werden, daß der Phenolgehalt der Öle Ursache des Angriffes ist.

Da das Auftreten derartiger Korrosionen an das Zusammentreffen dreier Umstände gebunden ist, und zwar

1. Verwendung eines korrosionsanfälligen Werkstoffes.
2. Spannungen im Werkstoff.
3. Ein chemisch angreifendes Fördermittel,

und das Fördergut eine gegebene Tatsache ist, bleibt nur übrig, eine Abhilfe durch Änderung der zwei erstgenannten Umstände zu versuchen. Es kommen daher infrage die Verwendung eines nicht korrosionsanfälligen Werkstoffes, z.B. ein legierter Stahl oder der korrosionsfeste IZL-Stahl; legierter Stahl scheidet heute vollkommen aus und auch bei IZL-Stahl sind die Beschaffungsschwierigkeiten so groß, daß man mit seinem Einsatz nicht rechnen kann. (Es muß dabei bedacht werden, daß auch die Flanschen aus dem gleichen Werkstoff wie das Rohr selbst hergestellt sein müssen, wenn man weitgehenden Schutz vor interkristalliner Korrosion erreichen will, und gerade die Flanschenbeschaffung ist besonders schwierig.) Es bleibt daher noch die Möglichkeit, die Rohre Innen mit einem Schutzüberzug zu versehen, z.B. Emaile oder Einbrennlacken aus Kunstharz. Mit einem Kunstharzlack (Lunkalit von der Fa. Munk & Schmitz, Köln) haben wir schon Versuche gemacht. Dieser Überzug wird aber nach kurzer Zeit vom Öl aufgelöst.

b.w.

1344
10891

17. 40. 10000 RD.

3

111

68

Verrechnung

Ein Inchromieren der Rohre würde wahrscheinlich auch helfen, doch scheitert dieses Verfahren an der Möglichkeit, heute Rohre von solchen Ausmaßen einwandfrei zu inchromieren. Der zweite Umstand, Beseitigung oder wenigstens Verringerung der Spannungen, kann erreicht werden, wenn man die Rohre nach dem Schweißen und Biegen bei 600° glüht. Das Rohr hat dann nur noch die Spannung durch den Druck des Fördergutes aufzunehmen, der in unserem Falle bei 1,5 - 2 kg/mm² liegt. Das Ausglühen der Rohre wird bei uns sorgfältig ausgeführt, doch ist der Erfolg recht gering, da sich die Lebensdauer der ge- glühten Rohre nur weniger länger als bei ungeglühten Rohren erweist.

In letzter Zeit treten die genannten Schäden so stark auf, daß von insgesamt 5 vorhandenen Ölleitungen immer mindestens eine infolge interkristalliner Korrosion ausgefallen ist und instandgesetzt werden muß. Die dadurch hervorgerufene Beanspruchung an Arbeitskräften ist bei der heutigen Lage als untragbar anzusehen, so daß wir dringend eine Abstellung dieses Zustandes anstreben. Wir bitten Sie daher, uns mitzuteilen, ob Sie auf diesem Gebiete irgendwelche Erfahrungen gemacht haben, die bei uns vorteilhaft angewendet werden könnten.

Belferberg Benzol
Handelsgesellschaft
Walden 444 Ostwiesing

Ø: I.G. Farbenindustrie A.-G., Ludwigshafen/Rhein
 Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H., Leuna Werke
 Hydrierwerk Scholven A.-G., Gels enk.-Buer
 Union Rheinische Braunkohlen-Kraftstoff A.-G., Wesseling
 Hydrierwerke Pulitz A.-G., Stettin-Pölitz

24

U. S. Bureau of Mines
Hydro. Demon. Plant Div.

GEISENBERG BENZIN A.-G.

To I.G. Farbenindustrie A. G.
High Pressure Experiments
Ludwigshafen am Rhein

Gelsenkirchen,
6-9-44.

INTERCRYSTALLINE CORROSION IN PIPE LINES.

We have observed since the start of operations in our works that leaks were produced in the different pipe lines after 1 year operation; these leaks were caused by cracks extending through the whole thickness of the tube wall. Exhaustive investigation has shown, that we were dealing here with intercrystalline corrosion. This damage occurred preferentially in the proximity of welds and on the outside of the elbows. The i.d. of the damaged tubes made of the ordinary steel (St. 35.29) was mostly 150 mm. The attacks are chiefly observed near the coal catchpot, but also in the pipe lines carrying the E middle oil. We may state on the strength of exhaustive investigations, that the phenol content of the oil was the cause of the attacks.

The occurrence of such corrosion is the result of combined action of three factors, namely:

- 1) the use of material apt to be corroded;
- 2) strains in the material;
- 3) chemical attack by the feed.

The presence of the feed can not be avoided; we may therefore look for help in changing the first two factors. One must consider therefore the use of non-corroding material, such as alloy steels or a corrosion resistant IZL steel. Alloy steel is at present entirely excluded, and the procurement even of the IZL is at present so difficult that we may not count on its introduction. (It must be born in mind, that flanges must be made of the same material as the tube themselves, if a far-reaching protection against intercrystalline corrosion is looked for, and the purchase of flanges is particularly difficult.) There remains the possibility of coating the pipes on the inside with a protective coating, e.g. with an enamel or with a baked on artificial resin lacquer. We have already begun experiments with an artificial resin lacquer (Munkalit, from Munk and Schmitz, Cologne). The coating is however dissolved by oil in a short time. Chromplating the insides of the tubes would probably help, but this procedure appears to be impossible today for tubes of such dimensions. The second factor, the elimination, or at least the reduction of strains,

055a

U. S. Bureau of Mines
Hydro. Demon. Plant Div.

GELSENBERG BENZIN A.-G.

To I.G. Farbenindustrie A. G.
High Pressure Experiments
Ludwigshafen am Rhein

Gelsenkirchen,
6-9-44.

INTERCRYSTALLINE CORROSION IN PIPE LINES.

We have observed since the start of operations in our works that leaks were produced in the different pipe lines after $\frac{1}{2}$ - 1 year operation; these leaks were caused by cracks extending through the whole thickness of the tube wall. Exhaustive investigation has shown, that we were dealing here with intercrystalline corrosion. This damage occurred preferentially in the proximity of welds and on the outside of the elbows. The i.d. of the damaged tubes made of the ordinary steel (St. 35.29) was mostly 150 mm. The attacks are chiefly observed near the coal catchpot, but also in the pipe lines carrying the B middle oil. We may state on the strength of exhaustive investigations, that the phenol content of the oil was the cause of the attacks.

The occurrence of such corrosion is the result of combined action of three factors, namely:

- 1) the use of material apt to be corroded;
- 2) strains in the material;
- 3) chemical attack by the feed.

The presence of the feed can not be avoided; we may therefore look for help in changing the first two factors. One must consider therefore the use of non-corroding material, such as alloy steels or a corrosion resistant IZL steel. Alloy steel is at present entirely excluded, and the procurement even of the IZL is at present so difficult that we may not count on its introduction. (It must be born in mind, that flanges must be made of the same material as the tube themselves, if a far-reaching protection against intercrystalline corrosion is looked for, and the purchase of flanges is particularly difficult.) There remains the possibility of coating the pipes on the inside with a protective coating, e.g. with an enamel or with a baked on artificial resin lacquer. We have already begun experiments with an artificial resin lacquer (Munkalit, from Munk and Schmitz, Cologne). The coating is however dissolved by oil in a short time. Chromplating the insides of the tubes would probably help, but this procedure appears to be impossible today for tubes of such dimensions. The second factor, the elimination, or at least the reduction of strains,

055a

may be achieved by heating the tubes to 600° after welding or bending. The tubes then will merely have to stand the strain from the pressure of the feed, which amounts in our case to 1.5 - 2 kg/mm². We carefully anneal the tubes, but with limited success, because the life of the annealed tubes is only slightly longer, than of the unannealed tubes.

The above mentioned damage has become so important of late, that of the five pipe lines available, at least one is out of use because of intercrystalline corrosion, and is being put back in operation. The labor requirements under the existing conditions must be considered intolerable, and we are trying urgently to find means of overcoming this difficulty. We request you therefore to inform us of any experience you may have had in this problem, and which we might successfully use.

GELSENBERG BENZIN Aktiengesellschaft

2 signatures.

Copies to: I.G. Farbenindustrie A.G., Ludwigshafen Rhein
Ammoniakwerk Merseburg - G.m.b.H., Leuna Works
Hydrierwerk Scholven A.G., Gelsenk.-Buer
Union Rheinische Braunkohle A.G., Wesseling
Hydrierwerke Pöhlitz G., Stettin-Pöhlitz.

W. M. Sternberg

Hochdruckversuche
Lu 558

6. 1. 1942. Rk

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Derzeitiger Stand der Druckdestillationsversuche.

1.) Apparatives.

Die Kleinapparatur (500 cm³ Ofeninhalt, 2-6 kg Einspritzung) wurde mit einer Heißumlaufvorrichtung versehen. Mit dieser Einrichtung können Strömungsgeschwindigkeiten verschiedener Größe in den Schlangen eingestellt werden. Es kann dabei eine Öl-Geschwindigkeit bis zu 1 m erreicht werden. Die Heißumlaufpumpe saugt zwischen Ofen und Erbspannungsventil an und spritzt in der Mitte der Vorheizschlange ein.

Für die thermische Krackung von filtrierten asphalthaltigen Produkten auf Elektrodenkoks wurde an Stelle der früheren provisorischen Apparatur ein Kokssoaker für 12 atm Betriebsdruck konstruiert. Der auswechselbare Einsatz nimmt etwa 30-40 kg Koks auf. Bei Fahren auf Koks wird der Kokssoaker an Stelle des Zyklons (Kolonne) in die Druckdestillationsapparatur eingebaut.

Die halbtechnische Druckdestillationsapparatur in Lu 538 (100 - 200 kg Einspritzung) ist bis auf einige Kleinigkeiten fertiggestellt. Bei dieser Apparatur ist der aus senkrechten Haarnadeln bestehende Vorheizler ringförmig um die Haarnadeln des Schlangensofens angeordnet, wodurch Überhitzungen des heißesten Schlangenteiles möglichst vermieden werden sollen.

2.) In letzter Zeit durchgeführte Versuche.

In der 500 cm³-Kleinapparatur wurde filtrierter Kohleaufschluß aus schlesischer Kohle (10 Ltr.-Ofenversuch) auf Elektrodenkoks gekrackt. Zuletzt wurde mit 2 atm Druck im Kokssoaker gearbeitet. Es ist geplant, Aufschluß vom Großversuch Kammer 804 bei 4-8 atm auf Elektrodenkoks zu verarbeiten.

Rumänisches Erdöl aus Pölitz wurde mit gutem Ertrag auf ca. 4 % Rückstand durchdestilliert.

Zur Zeit läuft ein Toppversuch mit Schlesag-Steinkohlenschwefelteeer auf Brikettierbitumen vom Schmelzpunkt 70°. Voraussichtlich werden 40 % Brikettiermittel (bezogen auf Schwefelteeer) anfallen.

Gemeinsam mit
Dipl.-Ing. Orth

Gen. Rank

Pressure Distillation Experiments
(State of Research in 1942)

By Rank & Orth, Ludwigshafen, 6 January 1942

1. Apparatus.

The small apparatus (500 cm³ converter volume and 2 to 6 kg injection) was provided with a hot circulating pump. With this equipment, the velocity of flow in the coils can be adjusted to suit up to an oil velocity of 1m/sec. The hot circulating pump suction is between converter and expansion valve (Entspannungsventil) and it injects into the middle of the preheater coil.

For the thermal cracking of filtered asphaltic products to electrode coke a coke soaker was constructed for 12 atm operating pressure in place of the former provisional apparatus. The interchangeable basket (Einsatz) holds about 30-40 kg coke. When running to coke the coke soaker is installed in place of the cyclone (column).

The semi-industrial pressure distillation apparatus in Lu 558 (100-200 kg. injection) is completed except for a few minor details. In this apparatus, the preheater, consisting of vertical hair pin coils is arranged in a circle around the hair pin coils of the coil still, to avoid possible overheating of the hottest part of the coil.

2. Recent Experiments.

Filtered heavy oil from incomplete hydrogenation of Silesian coal (Kohlaufschluss) was cracked to electrode coke in the 500 cm³ small apparatus (10 liter experiment). The latest operating pressure in the coke soaker was 2 atm. It is proposed to process "aufschluss" from Stall 804 to electrode coke at 4 to 8 atm.

Rumanian petroleum from Pölitz was pressure distilled with good results to about 4% residus.

At present a topping experiment with Schlesag bituminous coal carbonization tar to briquet bitumen with a melting point of 70° C is under way. It is expected that 40% briquet binder, based on carbonization (L.T.C.) tar, will be obtained.

/fkp

56a

DAD
(17)

Vorzimmer Dir. Dr. Pier

T-396
K/3

An das
Reichsamt für Wirtschaftsausbau,
z.Hd.v.Herrn Dr.Kranepuhl
Berlin W 9.
Saarlandstrasse 128.

HOCHLEISTUNGSBENZIN 21.12.43. Hg/Le.
P/Lu 1.

Verarbeitung des DHD-Rückstandes.

Wie Ihnen bekannt, fällt beim DHD-Verfahren ein rein aromatischer, über dem DHD-Benzin siedender Redestillationsrückstand an. Bisher war für diesen DHD-Rückstand eine Verarbeitung über Vorhydrierung, Benzinierung und nochmalige DHD-Behandlung vorgesehen. Dabei wird der rein aromatische DHD-Rückstand weitgehend aufhydriert und aus dem erhaltenen Benzin wiederum im DHD-Verfahren Wasserstoff abgespalten. Es ist gelungen, diesen Umweg zu vermeiden und mit einem neuen Kontakt, der bei etwa 400°C und 300 atm arbeitet, den DHD-Rückstand direkt in ein Benzin mit rund 60 Aromaten umzuwandeln. Dieses Benzin ist gemäss dem höheren Aromatengehalt wertvoller als DHD-Benzin und lässt sich mit B₁ oder DHD-Benzin mit niedrigerem Aromatengehalt (höherer Ausbeute) auf ein dem DHD-Benzin gleichwertiges Hochleistungsbenzin stellen.

Einen Vergleich dieser Verarbeitung mit der bisher vorgesehenen zeigt folgende Tabelle:

Verarbeitung des DHD-Rückstandes:	über Vorhydrierung, Benzinierung u. DHD	in einer Stufe mit neuem Kontakt
Benzinausbeute auf DHD-Rückstand	78 %	83 %
Gew. % Aromaten im Benzin	55 %	60 %
H ₂ -Verbrauch je t DHD-Rückstand	740 cbm	560 cbm

Nimmt man an, dass bei Vollproduktion aller DHD-Anlagen etwa 80 000 tato DHD-Rückstand anfallen, so würde die Einführung des neuen Kontaktes eine direkte Mehrproduktion an Hochleistungsbenzin von rund 4 000 tato ermöglichen. Dafür geht allerdings die Treibgasproduktion entsprechend zurück. Die eingesparte Wasserstoffmenge von 1 800 cbm H₂ würde einer weiteren zusätzlichen Mehrproduktion an Hochleistungsbenzin aus Kohle von rund 5 000 tato entsprechend.

- 5 -

40

057

Hochdruckversuche

Für die Einführung dieses Kontaktes bieten sich verschiedene Wege. Eine gewisse Schwierigkeit besteht darin, dass der DID-Rückstand an verschiedenen Stellen in relativ kleiner Menge anfällt. Für die Verarbeitung an Ort und Stelle würden nur vergleichsweise kleine Kammern benötigt, es kämen dafür evtl. freiwerdende T 52-Hydrieranlagen in Frage. Als weiterer Weg wäre eine zentrale bzw. regionale Verarbeitung in Betracht zu ziehen, falls nicht Transport-schwierigkeiten im Wege stehen.

Wir halten es für notwendig, das Reichsamt auf diese Möglichkeiten hinzuweisen, obwohl wir noch keinen konkreten Plan ausgearbeitet haben und die Verarbeitbarkeit der DID-Rückstände der bis jetzt laufenden DID-Anlagen noch in Untersuchung ist. Die Ausarbeitung eines solchen Planes kann nur in engster Zusammenarbeit mit den Hydrierwerken erfolgen.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit eine Möglichkeit erwähnen, die dieser neue Kontakt, der direkt Aromaten spaltet, bietet: In Kombination mit einer schwachen Vorhydrierung und Schwefelsäure-Wäsche der Mittelöle könnte man insbesondere bei den Steinkohle-Anlagen, durch direkte Benzinierung zu einem aromatenreichen Benzin kommen, ohne, dass eine ebenso starke Abnahme der Benzinausbeute und des Butananteils in der Vergasung wie bei der alten Aromatisierung eintritt. Bis zur technischen Reife sind allerdings noch Versuche erforderlich.

Heil Hitler!

I. G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Postfach 100000, 6000 Frankfurt a. M.

688

KCB:am
7/18/47

Processing DHD Residues

By Pier and Simon, Ludwigshafen, 21 Dec. 1945.
(Letter to Dr. Kranepuhl of the Reichsamt
for Industrial Expansion)

As you know, a purely aromatic redistillation residue boiling above the DHD gasoline is obtained in the DHD process. Up to the present time, this residue was processed by way of prehydrogenation, benzination and additional DHD treatment, in which the purely aromatic DHD residue is largely hydrogenated and H_2 is again split out of the resultant gasoline in the DHD process.

We have now succeeded in by-passing this detour and in converting the DHD residue directly into a gasoline with abt. 60% aromatics by means of a new catalyst, which functions at abt. 400°C and 500 atm. This gasoline is more valuable than DHD gasoline, due to its higher aromatics content, and by blending it with H_2 or DHD with low aromatics content (higher yield) a high test gasoline equal to DHD gasoline may be obtained.

The following table shows a comparison of this process with that used at present:

DHD Residue Process:	Prehydrogenation, Benzination & DHD	In one stage with new catalyst
Gasoline yield of DHD residue	78%	87%
%wt. aromatics in gasol.	55%	60%
H_2 consumption/t DHD resid.	740 m ³	560 m ³

If we assume that with full production of all DHD plants about 80000 t/ann DHD residue are obtained, the introduction of the new catalyst would enable a direct additional production of approximately 4000 t/ann high test gasoline. To be sure, the I.F.G. production (Zweiggasproduktion) would suffer correspondingly. The 1800 m³/h of H_2 saved would correspond to a further additional production of about 5000 t/ann high test gasoline from coal.

This catalyst may be introduced in various ways. The fact that the DHD residue is obtained in relatively small quantities in some plants will offer some difficulty. Only comparatively small stalls would be required for processing at the several plants, released T-52 hydrogenation plants could possibly be used. A central or perhaps regional processing might also be considered, if this would offer no serious transportation problem.

We consider it necessary to call the Reichsamt's attention to these possibilities, although we have worked out no concrete plan and the processing of the DHD residues of the plants in operation at this time is still in the experimental stage. Such a plan could only be worked out in closest cooperation with the hydrogenation works.

0582

We should like to mention one possibility offered by this new catalyst, which splits aromatics directly. In combination with a weak prehydrogenation and H_2SO_4 wash of the middle oils a gasoline rich in aromatics could be obtained by direct benzination, particularly in the bituminous coal plants, without causing an equally great decrease in gasoline yield and the butane constituent of gasification as in the old aromatization. Further experiments, however, are necessary before its application on an industrial scale.

/100

058 h

Hochdruckversuche
Lu 558

Z 395
6. Januar 1942 Si/Py.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Grossapparatur und DHD-Anlage.

- 1) Herstellung von Leichtbenzin als Isooktanersatz durch Reduktion von Isobutylalkoholrückständen (CL 100).

In Kammer 803 (1,6 cbm Kontaktvolumen) wurden in der Zeit vom Februar bis August 1941 etwa 1800 t Leichtbenzin hergestellt und laufend an das RLM abgeliefert. Als Kontakt wurde von uns ein molybdänarmer Tonerde-Kontakt (7846 mit 60 kg Molybdän pro cbm Kontaktraum) verwendet. Die Produktion wird seit Sep. 1941 in Oppau durchgeführt, jedoch vorläufig noch mit konzentriertem Kontakt (Ni-W) mit 230 kg Ni + 1500 kg W in cbm).

- 2) Vorhydrierung von Braunkohlemittelöl Leuna und Steinkohlemittelöl aus Oberschlesischer und Ruhr-Kohle mit molybdän- bzw. wolframbearbeiteten Kontakten.

In Kammer 501 wurden als Vorversuche für Leuna bzw. Pöhlitz Vorhydrierungsversuche mit Kontakt 7846 (60 kg Mo in cbm) und Kontakt 7846 W 250 (198 kg W in cbm) mit Erfolg durchgeführt. Die Kontakte sind inzwischen in Leuna bzw. werden in Pöhlitz eingesetzt.

- 3) DHD-Versuche in 1 cbm-Versuchsöfen-

Seit August 1941 wurden in dieser Apparatur als Vorstufe für die technischen Anlagen Braunkohlen-, Steinkohlen- und Erdölbenzine dehydriert und an das RLM für motorische Prüfungen abgeliefert (ca. 900 t.)

- 4) DHD-Anlage Lu/Op.

Die Produktion in der Anlage wurde nach acht Monaten Bauzeit am 17. November 1941 aufgenommen. Bis Ende Dezember wurden aus rumänischem straight-run Benzin rund 2 600 t DHD-Benzin produziert und davon rund 2300 t an die Wifo abgeliefert. Die Destillation in Op 805 wird zur Zeit angefahren.

1974

5) Heizölgrossversuch:

In Kammer 804 (1,6 cbm Kontaktvolumen) wurde in der Zeit vom 15.7.1941 - 19.9.1941 bei 700 atm. Druck ein Versuch mit oberschlesischer Koale auf Benzin+Mittelöl-Heizöl mit Erfolg durchgeführt. Das Fahren eines Teilstromes des Kohlebreies durch die Regeneratoren verlief ohne Schwierigkeiten.

6) Herstellung von Brikettiermittel bzw. von filtrierfähigem Produkt aus Steinkohle.

Versuch ist in Kammer 804 im Anfahren.

gez. S i m o n

Industrial Development
of the DHD Process

A. - Large Apparatus and DHD Plant.
by Simons, 6 January 1942.

(1) Production of Light Gasoline as a substitute for Iso-
Octane by Reduction of Isobutyl Alcohol Residues (CL 100).

Between February and August 1941 about 1800 t of light gasoline was produced in stall 803, (1.6 M² catalyst volume), and delivered to the RIM as produced. The Catalyst used was an alumina catalyst poor in molybdenum (7846 with 60 kg Mo/M² catalyst space). Since Sept. 1941, this product is made in Oppau, though, for the time being, still with concentrated catalyst (W1-W with 230 kg W1 + 1500 kg W/M²).

(2) Prehydrogenation of Brown Coal Middle Oil from Leuna
and Bituminous Coal Middle Oil from Upper Silesian and Ruhr
Coal with catalysts poor in Mo and W.

Successful trial experiments were made in stall 501 for Leuna and Pöhlitz prehydrogenation experiments with catalyst 7846 (60 kg Mo/M²) and catalyst 7846 W 250 (198 kg W/M²). The catalysts have since been used in Leuna and will be used in Pöhlitz.

(3) DHD Experiments in IM² Converter.

Since August 1941, brown coal, bituminous coal and petroleum gasolines have been dehydrogenated in this converter, preparatory to industrial application, and delivered to the RIM for motor tests (abt 900t).

(4) Large Scale Fuel Oil Experiments.

Between July 15th and Sept. 19, 1941, a successful experiment was made in stall 804 (1.6 M² catalyst volume) @ 700 atm with Upper Silesian coal to gasoline + middle oil + fuel oil. No difficulty was experienced in running a partial stream of coal paste through the heat exchangers.

B. - Present Position.
by Simon, Ludwigshafen, 14 July, 1942.
(Tables Missing)

Two of the proposed DHD plants are in operation, Pöhlitz, and Ludwigshafen - Oppau.

The plant at Ludwigshafen - Oppau was built for the processing of 35000 t/ann principally Rumanian gasoline.

This corresponds to a production of 27000 t/year high test fuel.

The building of the plant was started in March 1941 and it was ready for production on Nov. 17 of the same year. The distillation was temporarily done at the experimental plant Lu-35 until December, because the Oppau distillation unit was not ready for operation until that time.

The Oppau tank depot is only partially in use at present, because, since the fire in March, we prefer to use only those parts fully completed. The full use of the Oppau tank depot may be had in about six weeks.

Table 1. DED Stall Lu.

As shown in Table 1, the DED stall consists of 4 reaction converters and 1 refining converter. The reaction converters now have a total catalyst volume of 15 M³. The main and intermediate preheaters are mainly gas fired. Converters 2 to 4 also have an additional electric preheater each for adjusting the peak temperatures.

The stall, now operating for 8 months, has offered no particular difficulties. Leaks occurred at the start on the heat exchanger covers because of excessive temperature variations when converting from operation to regeneration, but these have been minimized by suitable operating measures. To prevent corrosion by SO₂, which is formed in the regeneration period by oxydation of the sulfur absorbed by the catalyst during dehydrogenation, a soda solution must be injected before the cooler. The catalyst, for which a life of 9 months is calculated, has held up well during the 8 months it has been in operation. Only converter 1 has had to be refilled twice because of excessive pressure differences. These were caused by a cohesive layer of catalyst, iron oxide, and iron sulfide, about 30 mm thick. It is expected that the soda injection will prevent this trouble in the future.

Table 2. Production of DED Unit Lu/Op.

Production to date is shown below:

1941,	November	974 t
	December	1654 t
1942,	January	1631 t
	February	1639 t
	March	2288 t
	April	2226 t
	May	2103 t
	June	2249 t

Capacity production was reached in March. It would have been reached in January if it hadn't been for the supply difficulties of raw caroline from Rumania, due to transportation

difficulties caused by cold weather, and for other reasons.

It has been very difficult to get the desired supply of raw material. Our efforts to obtain purely octanic gasoline from Rumania have been only partially successful. We received only an octanic heavy gasoline in the boiling range 130-170°C. The Air Force commandeered the light gasoline going with it and we had to be satisfied with an almost purely paraffinic light gasoline, which was often supplied in comparatively undesirably large quantities. Beginning with February we received no octanic gasoline at all and we had to agree to take a raw gasoline rich in paraffin, such as intended for Moosbierbaum. In spite of these restrictions production was maintained both in quantity and quality.

Table 3, Raw Materials Lu/Op.

Table 3 compares the properties of the raw materials. Besides the mixture of heavy and light gasoline and the raw gasoline of Moosbierbaum quality a Hungarian gasoline is shown, of which we are processing experimentally a batch of 850t.

It may be seen from a comparison of the aniline points, paraffin content and knock value that the gasoline mixture and the better quality Moosbierbaum gasoline are almost alike. The Hungarian gasoline, by comparison, is distinctly poorer in paraffin. Unfortunately, it was cut off too low. The following yields were obtained:

77-78.5% from the gasoline mixture
76-78% from the Moosbierbaum gasoline
79-79.5% from the Hungarian gasoline

In the consideration of these figures it must be taken into account that the gasoline is run through the converters without first separating the light constituents at the present time, because of lack of storage tank space.

Table 4, DHD Finished Gasoline Lu/Op.

Table 4 shows the properties of the gasolines obtained from these 3 raw materials.

Table 5, Overload Curves Lu/Op.

Table 5 shows the overload curves compared to CV₂b-RLM.

All 3 gasolines are between 1 and 3 atm above the CV₂b curve. The somewhat poorer behavior of the gasoline from the mixture of heavy and light gasolines is due to the poorer residual gasoline, 2/3 of which originates from the light gasoline component. The octane number of the residual gasoline from the mixed gasoline is 65-66, that from the Moosbierbaum quality is abt. 68.

060 c

The following may further be said of the operating conditions:

The thruput was about 0.47 kg raw gasoline/liter catalyst/hour, with $1M^3$ gas injection per kg. The pressure at the outlet was held to 30 atm. The temperatures during the operating period at the inlet and outlet, respectively, were:

Converter	I,	488 - 468°C
"	II,	502 - 482°C
"	III,	510 - 490°C
"	IV,	515 - 510°C
"	V,	305°C

A mean heat of reaction of -70 kcal/kg injection is calculated for gasoline of Moosbierbaum quality.

The mean proportion of operating time to regeneration time was 75:25, where the length of periods varied between 40 and 60 hours. The regeneration time, figured from shutting off injection to turning it on again, was 22 hours at the start, but could be cut to 15 hours, at present, in the course of time.

DHD - PÖLITZ.

The first construction stage contemplated the construction of 2 DHD stalls to produce about 140,000-160,000 t/ann high test fuel. In order to obtain experience quickly in large scale production a 300 atm stall intended for $6M^3$ operations was first rebuilt for DHD and put into operation in March 1941.

The first new stall, #21, was put into operation on January 23, 1942 and the second, #22, on May 16, 1942.

The rebuilt stall was shut down on May 6, 1942. It had been in operation for a total of 8662 hours without trouble worth mentioning, though it ran with many interruptions due to lack of feed. In October 1941, 2980 t gasoline, equal to capacity production, was produced in 468 operating hours and 112 regenerating hours, with 164 hours of idling. On dismantling it was found that the hairpin coils were heavily scaled on the outside. The hairpins and pipe lines were clean and free of corrosion on the inside. The brick lining of the converters proved satisfactory in operation. On dismantling in horizontal position the inner bricks became loose, because the mortar had lost its binding power. The removed catalyst was still in good condition after 14 months operation. It showed only a thin film of iron oxide. In each converter the catalyst on top was covered in a few places with a 3mm layer of dust, consisting principally of iron oxide which, however, did not influence the flow of material in any way.

The new stalls now in operation each have 3 DHD converters with about $25 M^3$ catalyst volume, plus one refining converter each. Both stalls are to be enlarged to 4:1 converters. Table 6 shows a diagram of the enlarged stall.

The operation of the 2 new stalls has caused no difficulties so far.

Table 7. Production in Pölitz.

Table 7 shows the development of DED gasoline production in Pölitz in the first half of 1942:

1942, January,	2257t,	new stall #21 in operation Jan. 23.
February,	5317t,	
March,	6507t,	
April,	10122t,	
May,	11573t,	shut down rebuilt stall May 6, new stall #22 in operation May 16.
June,	13154t,	= about capacity production.

The feed for the DED stall in Pölitz comes about 40% from petroleum and 60% from coal and tar. A Mixture of 5058 and 6434 gasoline was mainly processed. Later 5058 alone was processed, because the yield was greater.

In the processing of 5058/6434 gasoline from coal and petroleum in the proportion obtained, the supply of low boiling constituents was so great that the light constituents could not be disposed of in the gasoline in the entire plant. The reason for this is that the 6434 gasoline from the mixture of bituminous coal plus petroleum contains a large proportion of light constituents. Furthermore, the problem of the optimum cutting off of these raw materials for the DED process is still being worked out.

The yields in Pölitz are between 73.5 and 81%, although they have not been definitely determined, because the composition of the feed, the method of cutting off, etc., still vary.

Table 8 shows the properties of the crude and finished gasolines.

Table 9 shows the overload curves of some Pölitz high test gasolines.

The operating conditions applied in Pölitz are the following:

- Thruput = 0.4 - 0.6, at present 0.5 so as to obtain highest possible production.
- Gas: Product Proportion = 1:1
- Pressure (Outlet) = 30-40 atm.
- Temperature = 490-515°C.

The operating periods in Pölitz were very long, to 130 hours, with 24 hours regenerating time.

The following DED plants in the planning stage are:

060 a

Works	Start	Capacity
Scholven	March 1943	200,000 t/ann.
Pöhlitz II	April "	160,000
Leuna	Aug. "	345,000
Wesseling	" "	180,000
Bohlen	" "	190,000
Brux	Nov. "	300,000
Zeitz	Dec. "	200,000
Blechhammer	" "	200,000, Total 1,775,000 t/ann

C. Further Development of the DED Process.
 By L. Becker, Ludwigshafen, 28 October, 1942.

The subject discussed herein is the applicability to large scale production of the DED process in the dehydrogenation of naphthenic raw materials. On the basis of results obtained in experiments to date it now appears promising to conduct the process of preponderant naphthene dehydrogenation of paraffinic-naphthenic feeds in a first stage in long periods at elevated pressure, but the dehydrogenating splitting of paraffins of the higher boiling catch pot fractions in auxiliary apparatus under iso-thermal temperature conditions and low pressure.

Since dehydrogenation produces little heat of reaction in the second stage, the development of a converter with product gas recirculation appears promising.

The laws of the DED process indicate that:

- (1) When working with low pressures greater H₂ splitting and coke formation, but lower C-gasification, i.e. increased production, in spite of shorter periods, is observed; than at higher pressures.
- (2) The percentage distribution of hydro-carbons shows no essential differences.
- (3) The splitting of gasoline at higher pressures is increased by running more circulating gas (H₂).

Thus, the demands for higher yield and lower gasification are opposed by the operating requirements of lower coke separation and longer operating periods. Furthermore, operating results are very much dependent upon the quality of the feed materials.

In the current running of Rheinbraun gasoline at a maximum converter inlet temperature of 26.7 MV (506°C) an operating period of over 600 hours has already been obtained for the original gasoline without apparent deterioration of the catalyst. In running the Rheinbraun gasoline, topped up to 90°C, at a maximum converter inlet temperature of 27.7 MV (522°C) no drop in catalyst activity was observed after more than 400 operating hours. In this case about 80% wt. of H₂ was found in the recirculating gas, compared to a maximum of 50% for

0608

other gasolines, at partly higher temperatures.

These last figures prove that high naphthenic gasolines can be run almost continuously, whereby easily split paraffins are also dehydrogenated in a manner similar to the naphthenes, without affecting the catalyst. Only after the easily dehydrogenated materials are used up are the more difficult to split paraffins and naphthenes attacked, as is well known, and produce increased gasification and coke formation. Quite often a positive heat of reaction in the last dehydrogenation converter was also observed, particularly when running considerable quantities of circulating gas.

According to experiments by Dr. Donath a higher converter inlet temperature must be used at low than at high pressure in order to obtain an equal percentage of aromatics in the catchpot product. The temperature drop is greater in this case. For this reason, Leuna-Moosbierbaum strove to operate at low pressure but without increased inlet temperature, i.e. iso-thermal. Nevertheless, the large scale process appears economically superior in all cases in which naphthenic raw material promises long operating periods, as well as in those cases in which the greater percentage of the feed is easily dehydrogenated, so that "Scharfe Bedingungen" (high temperature, low thruput) are necessary only in the last converter. Since H_2 is produced in the dehydrogenation of naphthenes, which retards the separation of coke from the simultaneously dehydrogenated paraffins, favoring hydrocarbon gasification, moderate quantities of paraffins dehydrogenated with them have almost no influence on the length of period. From this point of view an admixture of naphthenic materials to inferior feed may even be of decided advantage.

Furthermore, weak dehydrogenation, perhaps up to 30-40% aromatics in the catchpot product, will always be possible in long periods with naphthenic-paraffinic raw materials. It is to be expected, in such cases, that pressure and thruput can be increased, compared to normal, and the quantity of circulating gas decreased. The first product obtained can then be further dehydrogenated easier and with smaller losses, as shown by an experiment with Russian gasoline in stall 504. At that time a finished gasoline with a yield of 74% was produced from a feed containing 53.5% paraffins and 42% naphthenes in the common single stage process. In the two-stage process, however, a total yield of 79.1% was obtained. (The first stage was run to 30% aromatics with 4.3% gasification, the circulating gas contained 87% H_2 , dehydrogenation period of 165 hours, limited by lack of feed).

We know from analysis that the higher boiling paraffins are undesirable in the finished gasoline because they decrease the anti-knock value. It should, therefore, be possible to improve the quality, including the formation of lower boiling constituents, by merely dehydrogenating these higher boiling constituents, i.e. the residual gasoline. In the latter case, gasification will be reduced to a fraction of that of even the 2-stage process, since only about half of the product must be

0608

further dehydrogenated. Naturally, the small experiment must decide whether the finished gasoline obtained in this manner is equal in quality to that obtained normally.

The subdivision of the DHD process with paraffinic-naphthenic feed into a pure DHD part and a DHD-cracking process for the catchpot product or a catchpot product fraction of the first operating stage (Arbeitsgang), therefore, promises theoretical success, but there are difficulties in the way of practical application.

These are, primarily, the different lengths of operating periods of the first and second operating stages, which will vary according to the raw material or the operating method (whether running to relatively high or low aromatic content or a fixed circulating gas composition). The second operating stage, which is essentially based on paraffinic feed, will probably have to be run in short cycles, because the coke separation and the deterioration of the catalyst activity demand short periods, wherein the working conditions can be adjusted very accurately to this special material. The material is properly processed at low pressure and equal temperatures, i. e. without much higher inlet temperature (about similar to the Leuna process). The quantity of circulating gas can probably be reduced in this case, since we are dehydrogenating to coke and not to hydro-carbon gasification.

Judging from experiences to date, aromatics will hardly be attacked at normal temperatures in the DHD-cracking process, no more than low hydro-carbons. In the polyform cracking process, C_2 and C_4 hydrocarbons are even introduced into the process for the new formation of product. Consequently, there again arises the old intriguing problem of controlling this DHD cracking process by recirculating a part of the product of the converter itself. This will be possible here, since the heat of reaction of this particular final process will be only weakly negative, i. e. the heating problem is greatly relieved.

If an improvement in the DHD process may be expected from small experiments on the basis of the foregoing, a technical and economic solution will also be found. When only one gas circulating system is used, this should be conceived about as follows:

- (1) Naphthene dehydrogenation and regeneration at about 30 to 50 atm in the first converters.
- (2) Catchpot with a short distillation column on it for coarse separation into a light fraction plus gas and a heavy fraction.
- (3) Dehydrogenation of the heavy fraction "in parallel" (in Nebenschluss) in several converters, which can be disconnected and regenerated, at low pressures. The necessary circulating gas is supplied as make-up gas. The quantity of circulating gas will be less at lower than at normal pressure, particularly low if the product

0602

could be recirculated in the converter.

- (4) The mixture of the products from the first and second stages (Arbeitsgänge) is refined together in the refining converter.

/de

0602

T-394
V15

28

DHD-Benzin, Qualität und Ausbeute, Ka. 801 Lu.

Zusammenfassung.

Auf Grund von 2 Berichten vom 3.3. und 25.7.1941 kann Qualität und Ausbeute für das im Januar verwendete Ausgangsmaterial der DHD-Anlage Lu (Ka. 801), das Anilinpunkt ca. 43,5 und Oktanzahl 61,5 hatte, angegeben werden.

Für die Qualität ergibt sich so eine Überladekurve, die bei $\lambda = 1,1$ um 0,2 bis 0,4 atm über der des CV₂b liegt. Die Übereinstimmung mit den tatsächlich erhaltenen Überladekurven, die bei $\lambda = 1,1$ etwa 0 bis 1 atm über CV₂ b RLM. liegen, ist gut. Im Vergleich hierzu ergab ein 40-Ltr. Ofen ein rumänisches Benzin etwa aus Rohöl C mit Anilinpunkt 48,4 und Oktanzahl 59 ein DHD-Benzin, das im Minimum etwa 2 atm über CV₂ b RLM lag (vgl. Bericht vom 25.8.1941 No. 191791).

Für die Ausbeute errechnen sich Werte von 75,4 bis 77,2 %, die etwa höher liegen als die im Januar erhaltene Ausbeute von 75 %. Eine Verbesserung der Ausbeute in Ka. 801 im Laufe des Betriebes ist daher noch zu erwarten.

Angaben über Qualität und Ausbeute an DHD-Benzin aus rumänischen Benzin enthalten die Zusammenstellungen "Flugbenzin und Hochleistungskraftstoffe aus rumänischen Öl" (Do. 3.3.41 No. 182941) und "Herstellung von Hochleistungskraftstoffen nach dem DHD-Verfahren" (Do. 25.7.41 No. 190541).

1. Qualität:

Das Ausgangsmaterial der Kauser 801 bestand im Januar nach Mitteilung von Dr. Hirschberger aus

I. (22,5 %)	20 - 25 %	Schwerbenzin oktanisches	0,2	ca. 62
II.	40 %	" etwas besser als C (halb paraffinis)	0,2	60
III. (37,5 %)	30 - 40 %	Leichtbenzin D (paraffinis)	0,2	62
		mittlere Oktanzahl		61,5

Die analytischen Daten der als Einspritzprodukt verwendeten Schwerbenzinsmischung sind nach Angabe von Dr. Süssenguth:

Spez. Gewicht	0,790
Anilinpunkt I/II	43,5/60
Siedebeginn	100°
-120°	30 %
-150°	30 %
Endpunkt	165°
Aromaten	19 %
Naphthene	27 %
Paraffine	53,5 %
Olefine	0,5 %

Setzt man ein, dass aus dem Leichtbenzin der Qualität D auf gesamtes Einspritzprodukt 15 % leichte Anteile abgetrennt wurden, so ergibt sich, dass vom gesamten DHD-Benzin 21,5 % aus I (oktanisch), 37,5 % aus II (etwas besser als C) und 41 % aus III (D) stammen, während es beim Restbenzin 16 % I, 27 % II und 57 % III sind.

Eine Berechnung der Restbenzinoktanzahl des DHD-Benzins ist an Hand der Abb. von Seite 2 des Berichtes vom 25.7.1941 auf zwei Wegen, die in Anlage 1 näher ausgeführt sind, möglich. Der erste Weg beruht darauf, dass man dieser Abbildung die dort angegebenen Restbenzinoktanzahlen für die drei Rohstoffe entnimmt und mit dem Anteil der drei Benzinsorten am Restbenzin multipliziert. Der zweite, wahrscheinlich genauere Weg beruht darauf, dass man die Oktanzahl des Ausgangsmaterials auf 10 % Aromaten + Olefine und ca. 50 % 100° umrechnet. Der erste Weg gibt eine DHD-Restbenzin-Oktanzahl von 64,9 bzw. 65,7¹⁾, der zweite eine solche von 65,8. Die Übereinstimmung der beiden Berechnungsarten ist recht gut. Demgegenüber hat CV₂^b eine Restbenzin-Oktanzahl von 64.

In folgendem wird die Grösse der Abweichung noch in atm P_{10} im Minimum der Überladekurve ausgedrückt. Die Differenz zwischen Restbenzin-Oktanzahl 64 und 76 gleich 12 (vgl. den Bericht vom 25.7.1941, Abb. von S. 2), entsprechend CV₂^b und DHD-Steinbohle.

1) Die erste Zahl ergibt sich, wenn man von der Zusammensetzung des Restbensins, die zweite, wenn man von der des gesamten DHD-Benzins ausgeht.

entspricht bei $\lambda \sim 1,1$ einer Differenz von ca. 2,7 atm p_{me} der Überladekurve. 1-Oktananzahl Änderung im Restbenzin entspricht somit $\frac{2,7}{12} = 0,225$ atm p_{me} bei $\lambda \sim 1,1$. Für die obigen Restbenzin Oktanzahlen ergeben sich somit folgende Werte:

Restbenzin O.Z.	Differenz gegen CV _{2b} -Restbenzin	atm p_{me} bei $\lambda \sim 1,1$ über CV _{2b} .
64,9	0,9	0,2
65,7	1,7	0,4
65,8	1,8	0,4

Nach den eingangs erwähnten Berichten ist somit eine Überladekurve zu erwarten, die bei $\lambda \sim 1,1$ um 0,2 bis 0,4 atm über CV_{2b} liegt. Die tatsächlich erhaltenen Überladekurven liegen 0 - 1 atm über CV_{2b} RIM. Die Übereinstimmung ist also sehr gut.

2. Ausbeute

Für die Berechnung der Ausbeute können ebenfalls zwei Wege beschritten werden. In den Bericht vom 3.3.1941, S. 1 ist angegeben, dass die DHD-Benzin-Ausbeute bei rumänischem Destillat-Benzin aus oktanischem Rohöl 78 %, bei Öl C 75 und bei Öl D 75 % beträgt. Mit der oben gegebenen Zusammensetzung des Ausgangsmaterials unter Berücksichtigung der ungleichen Verteilung des Leichttensins errechnet sich (Vgl. Anlage 2) eine mittlere Ausbeute von 75,4 % DHD-Benzin mit 50 Vol. % Aromaten.

Der zweite Weg beruht auf der Benützung der Abbildung 2 (vor S. 5) des Berichtes vom 25.7.1941, die eine Relation zwischen dem Anilinpunkt des verarbeiteten Schwerbenzins, auf etwa 10 % Aromaten bezogen, und der DHD-Benzinausbeute gibt. Der Anilinpunkt des Schwerbenzins ist 43,5 bei 19 % Aromaten. Ein solches Benzin verhält sich wie ein Benzin mit Anilinpunkt 48° und 10 % Aromaten. Für diesen Anilinpunkt gibt die erwähnte Abbildung eine DHD-Benzinausbeute von 77,2 %.

Im Monat Januar wurde in Kauer 801 eine Benzinausbeute von 75 Gew. % erhalten. Diese Zahl liegt gegenüber den auf Grund des bisherigen Materials berechneten Zahlen von 75,4 bzw. 77,2 % noch zu tief. Es ist zu erwarten, dass die Ausbeute der Kauer 801

nach völliger Inbetriebnahme die Destillation und Stabilisation
in Oppau sich noch verbessert.

gez. Donath.

~~Salzen~~

Anlage 1.

Berechnung der Restbenzin-Oktananzahl.

- 1) Die Restbenzin-Oktananzahl für DHD-Benzin aus paraffinösem Benzin ist 62,5, aus halbparaffinösem 64,6 und aus oktanischem 73,8 (Vergl. Abb. v. S. 2, Bericht vom 25.7.1941).
Mit den Anteilzahlen im Restbenzin bzw. in Klammer am DHD-Benzin (vgl. Bericht) ergibt sich:

$$62,5 \cdot 0,57 (0,41) = 35,7 (25,6)$$

$$64,6 \cdot 0,27 (0,375) = 17,4 (24,2)$$

$$73,8 \cdot 0,16 (0,215) = 11,8 (15,9)$$

$$\text{Oktananzahl des DHD-Restbenzins} = 64,9 (65,7)$$

- 2) Das Benzin wird durch Entfernung von ca. 9% Aromaten (Oktananzahl 90) und Zufügung von 20 Teilen Anteile -100° auf rund 10% Aromaten und 50% -100° gebracht:

	Fraktion		Oktananzahl x Anteil
	Anteil	Oktananzahl	100
Ausgangsmaterial	100	61,5	61,5
Aromaten	-9	90	- 8,1
Leichtbenzin -100°	+20	74	+14,8
Benzin 50% -100°			
Endpunkt 150° 10% Aromaten	111	<u>61,4</u>	68,2

Der Oktananzahl 61,4 entspricht eine Restbenzin-Oktananzahl des DHD-Benzins nach Bericht vom 25.7.1941 Abb. 1 von 65,8.

Anlage 2.

Das Ausgangsmaterial besteht (vergl. diesen Bericht S.1) aus 22,5 % Schwerbenzin oktatisch, 40 % Schwerbenzin C und 37,5 % Leichtbenzin D. Da nur das letztere Produkt leichte Anteile (ca. 15 Tl.) enthält, geht in die Kammer ein Einspritzprodukt, das sich wie folgt zusammensetzt:

22,5 Tl. Okt. Schwerbenzin	=	26,5 %
40 Tl. Schwerbenzin C	=	47,0 %
22,5 Tl. " D	=	26,5 %
<hr/>		<hr/>
85,0 Tl.	=	100 %

Mit diesen Zahlen errechnet sich folgende Ausbeute:

26,5 · 0,78	=	20,7
47 · 0,75	=	35,3
26,5 · 0,73	=	19,4
<hr/>		<hr/>
DHD-Benzin-Ausbeute	=	75,4 %

Rechnet man direkt mit der Zusammensetzung der Ausgangsmischung ohne Berücksichtigung, dass nur D-Benzin mit leichten Anteilen vorhanden ist, so ergibt sich eine Ausbeute von 74,9 %.

U. S. BUREAU OF MINES
HYDRO. DEMON. PLANT DIV.

T-394

KCBraun
7/17/47

DED Gasoline Quality and Yield

By: Dr. Donath, Ludwigsafen,
18 Feb. 1942

SUMMARY:

From two reports of the 5. March and 25. July 1941, the quality and yield for the feed material used in January in the Ludwigsafen DED plant, Stall 801, which had an aniline point of about 48.5 and an octane number of 61.5, can now be ascertained.

The quality is given by an overload curve, which at L (lambda) = 1.1, is from 0.2 to 0.4 atm. above CV_{2b} . It agrees well with the actual overload curves, which, at $L = 1.1$, are about 0 to 1 atm. above CV_{2b} RLM (Reichs Aviation Ministry). By comparison, a Rumanian gasoline, from crude oil C, for instance, with an aniline point of 48.4 and an octane number of 59, produced a DED-gasoline in the 40-12% converter, which is at least 2 atm. above CV_{2b} RLM. (Report #191791 of 25. August 1941).

Values from 75.4 to 77.2% can be calculated for the yield, which are somewhat higher than the yield of 75% obtained in January. An improvement in the yield of Stall 801 may, therefore, be expected in the course of operations.

Data on quality and yield of DED gasoline from Rumanian gasoline are contained in the report "Aviation Gasolines and High Test Fuels from Rumanian Oil" (Do. 5.3.41 #182941) and "Production of High Test Fuels by the DED Process" (Do. 25.7.41 #190341).

#1. Quality

The feed material for Stall 801 in January, according to Dr. Hirschberger, consisted of:

I. (22.5%) 20-25% heavy gasoline (octanic)	O.N. 64
II. 40% heavy gasoline somewhat better than C, (semi-paraffinic)	O.N. 60
III. (37.5%) 35-40% light gasoline D, (paraffinic)	O.N. 62
Mean octane number:	61.5

066a

The analytical data of the heavy gasoline mixture used as feed, according to Dr. Süßengut, are:

Spec. Gravity	0.780
Aniline Point I/II	43.5/60
Initial Boil	100°C
- 120°	30%
- 150°	80%
End Point	165°C
Aromatics	19%
Naphthenes	27%
Paraffins	53.5%
Olefins	0.5%

If we figure that 15% based on the total feed, of light constituents were separated from the light D-quality gasoline, we find that of the total DED gasoline 21.9% originates from I (oceanic), 57.3% from II (scrubbed better than C) and 14% from III (D), while the corresponding values for the residual gasoline are 16% from I, 37% from II and 57% from III.

A calculation of the residual gasoline octane number of the DED gasoline, from the illustration on page 2 of the report of 25.7.41, is possible in two ways, shown in detail in Appendix 1. The first is based on taking the residual gasoline octane numbers of the three raw materials given in that illustration and multiplying them by the constituents of the residual gasoline of the three kinds of gasoline. The second, probably more accurate way, is based on the conversion of the octane number of the feed material to 20% aromatics + olefins and about 50% - 100°C. The first method gives us a DED residual gasoline octane number of 64.9 or 65.7; the first figure based on the composition of the residual gasoline, the second on the total DED gasoline. The second method will give us a DED residual gasoline octane number of 65.8. The two methods of calculation agree with each other quite well. GV₂b, by comparison, has a residual gasoline octane number of 64.

The magnitude of the variation is again expressed in atm. P_{90} at the minimum of the overload curve in the following. The difference between the residual gasoline octane numbers 64 and 76, compare report of 25.7.41, illustration page 2, corresponding to GV₂b and DED from bit. coal, corresponds to a difference of about 2.7 atm. P_{90} at the overload curve @ 1" 1.1. A change of one unit in the octane number, therefore corresponds to $\frac{2.7}{76-64} = 0.223$ atm.

P_{90} @ 1" 1.1. The following values are then derived for the above residual gasoline octane numbers:

Resid. Gasol. O.N.	Difference between GV ₂ b resid. gasoline	Atm. P_{90} above GV ₂ b @ 1" 1.1
64.9	0.9	0.2
65.7	1.7	0.4
65.8	1.8	0.4

According to the above mentioned reports, then, an overload curve may be expected, which @ L = 1.1, is from 0.2 to 0.4 atm. higher than CV_{2b}. The overload curves actually obtained are from 0 to 1 atm. higher than CV_{2b} RLM. The agreement, therefore, is very close.

#2. Yield

The yield can also be calculated in two ways. From page 1 of the report of 3.3.41 may be seen that the DHD gasoline yield of Rumanian distillate gasoline from octanic crude oil is 78%, 75% of oil B and 73% of oil D. With the composition of the feed material given above, considering the unequal distribution of the light gasoline, a mean yield of 75.4% DHD-gasoline with 50%wt. aromatics is calculated; compare Appendix 2.

The second method is based on using illustration 2, preceding page 3 of the report of 25.7.41, which shows a relation between the aniline point of the heavy gasoline processed, based on about 10% aromatics, and the DHD-gasoline yield. The aniline point of the heavy gasoline is 43.5 @ 1% aromatics. Such a gasoline behaves like a gasoline with an aniline point of 48° and 10% aromatics. The illustration mentioned will give a DHD-gasoline yield of 77.2% for this aniline point.

In January a gasoline yield of 75%wt. was obtained in Still 801. This figure is still too low, compared to 77% and 74% calculated from the material used up to now. It is to be expected that the yield of Still 801 will be further improved after full operation of the distillation and stabilisation in Oxyer.

Appendix 1

Calculating the Residual Gasoline Octane Number

1). The residual gasoline octane number of DHD-gasoline from paraffinic gasoline is 62.5, from semi-paraffinic it is 64.6 and from octanic 73.8; compare illustration preceding page 2 of report of 25.7.41.

From the constituents in the residual gasoline or, in paraffin-waxes, in the DHD-gasoline (see report) we get:

$$\begin{aligned}
 62.5 \times 0.57 (0.41) &= 35.7 (25.6) \\
 64.6 \times 0.27 (0.375) &= 17.4 (24.2) \\
 73.8 \times 0.16 (0.215) &= 11.8 (15.9)
 \end{aligned}$$

O.N. of DHD residual gasoline = 64.9 (65.7)

2). By removing about 9% aromatics, octane number 50, and adding 20 parts of constituents - 100°C, the gasoline is brought to roughly 20% aromatics and 50% - 100°C.

Constituent	Fraction		O.N. of constituent
		O. N.	
Feed Material	100	61.5	61.5
Aromatics	-9	90	-8.1
Light Gasol. - 100°C	+20	74	+14.8
Gasol. 50% - 100°C, End Point 150°C			
10% Aromatics	111	61.5	63.2

066e

The octane number 61.4 corresponds to a residual gasoline octane number of the DHD-gasoline of 65.8, according to report of 25.7.41, figure 1.

Appendix 2

The feed material consists of 22.5% octanic heavy gasoline, 40% heavy gasoline C and 37.5% light gasoline D, see preceding section on quality. Since only the last material contains light constituents, about 15 parts, an injection material of the following composition goes into the stall:

22.5 parts octanic heavy gasoline =	26.5%
40 " heavy gasoline C =	47.0%
22.5 " heavy gasoline D =	26.5%
85.0 parts	100%

From these figures the following yield is derived:

$26.5 \times 0.78 =$	20.7%
$47 \times 0.75 =$	35.3%
$26.5 \times 0.75 =$	19.9%
DHD-gasoline yield =	75.9%

If we use the composition of the feed mixture directly, without considering that only D-gasoline with light constituents is available, we get a yield of 74.9%.

/hlcj

066d

Diesel-2

7-273

KU3

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Betr.: Dieselsl-Produktion in Steinkohle-Hydrieranlagen 1).

Zusammenfassung.

In der anhängenden Tabelle I sind einige Möglichkeiten der Dieselslherstellung in einer Steinkohle-Hydrieranlage angezeigt.

Es ergibt sich:

I. Die maximal in einer Steinkohle-Anlage (Kapazität 200 000 Jato Autobenzin) zu gewinnende Dieselslmenge ist 125 000 Jato, daneben fallen 82 000 Jato Autobenzin an. Bei einer Produktion von ca. 100 000 Jato Flugbenzin beträgt die Dieselslmenge ca. 90 000 Jato.

Wird eine Steinkohle-Anlage mit einer Kapazität von ca. 200 000 Jato Autobenzin und 200 000 Jato Heizöl auf Dieselsl-erzeugung umgestellt, so kann jetzt bedingt durch die höhere Sumpphasebenzin-Menge nur 78 000 Jato Dieselsl neben ~ 125 000 Jato Autobenzin und 200 000 Jato Heizöl erzeugt werden. Bei der Herstellung von Flugbenzin geht obige Dieselslmenge auf ca. 55 000 Jato zurück.

II. Bei der Erzeugung von Dieselsl geht die Qualität der dabei gleichzeitig anfallenden Benzine entsprechend der Dieselslmenge zurück (O.Z. des L-Benzins geschätzt ca. 71 M.M., O.Z. des Autobenzins 55-60).

III. Die 6434-Gasphase liegt teilweise bzw. ganz still.

IV. Das erzeugte Dieselsl hat eine ^{cetane-}Oktanzahl von 35 bis 40. (Verdünnter oder konzentrierter Vorhydrier-Kontakt.)

Der ^{pour point} Stockpunkt des Dieselsls liegt sehr tief (unter -3500).

Die Viskosität ist mit 1,08^{0R}/20° etwas gering.

1) Vergl. Bespr.-Ber. v. 12.5.41 1736 und Schreiben RWA v. 16.5.41.

V. Wenn in einer Steinkohle-Anlage Dieselöl erzeugt werden soll, ist vorzusehen:

- a) getrennte Abstreifer-Destillation für 5058 und 6434.
- b) Die 5058-Abstreifer-Destillationskolonne muß so ausgelegt werden, daß ein Leichtbenzin - 120° eine Zwischenfraktion 120 - 180 und Mittelöl > 180° herausgeschnitten werden können.
- c) Lauge und Wasserwätsche für das Dieselöl sind vorzusehen.
- d) Entsprechende Zwischentanks und Fertigtanks sind vorzusehen.

Ausgehend von 1 000 kg Sumpphase-Benzin und Mittelöl sind in der anhängenden Tabelle I einige Möglichkeiten aufgezeigt, Dieselöl aus der Gasphase herauszuziehen.

Im Fall a) wird die Sumpphase auf Benzin und Mittelöl gefahren, im Fall b) auf Benzin, Mittelöl und Schweröl (Heizöl).

Es wird jeweils die normale Fahrweise auf Auto- bzw. L-Benzin verglichen mit einer Fahrweise, bei der nach der Vorhydrierung Dieselöl herausgezogen wird und zwar wird neben Dieselöl Autobenzin bzw. L-Benzin hergestellt.

Für den Fall a) (kein Heizöl) ergeben sich für eine 200 000 Jato Autobenzin-Anlage folgende Produktionsmöglichkeiten:

Produktion in Jato				
Autobenzin	200 000	---	82 000	---
L-Benzin OZ. 87	---	180 000	---	100 000
Dieselöl	---	---	126 000	93 000
Gesamt-Produktion	200 000	180 000	208 000	193 000

f) in den Fall b (Heizölfahrweise) ergeben sich etwa folgende Produktionsmöglichkeiten:

Produktion in Jato				
Autobenzin	200 000	--	127 000	--
L-Benzin OZ. 87	--	185 000	--	134 000
Dieselöl	--	--	78 000	54 000
Heizöl	200 000	200 000	200 000	200 000
Gesamt-Produktion	400 000	385 000	405 000	388 000

Wie aus Tabelle I ersichtlich, wird bei der Herstellung von Autobenzin und Dieselöl das Vorhydrierungsbenzin als Autobenzin herausgezogen (Benzin ist nicht ganz siedegerecht), das über dem Benzin siedende Mittelöl wird als Dieselöl herausgezogen. (Maximale Dieselmengen.) Die 6434-Kammern stehen hierbei still. Wird ein Teil des Dieselöls über 6434 verarbeitet, so kann die Autobenzin-Menge und die Qualität des letzteren entsprechend verbessert werden.

Soll neben Dieselöl Flugbenzin erzeugt werden, so wird es zweckmäßig sein, 5058- und 6434-Abstreifer getrennt zu destillieren und zwar derart, daß der 5058-Abstreifer zerlegt wird in Benzin bis ca. 120°, ein Schwerbenzin 120-180° und Mittelöl >180°. Das Schwerbenzin und ein Teil des Mittelöls wird über 6434 auf L-Benzin so verarbeitet, daß die Mischung mit dem Vorhydrierungsbenzin bis ca. 120° das fertige Flugbenzin ergibt. Dies so gewonnene Flugbenzin dürfte in seiner Qualität nahezu die Qualität des VT 705 erreichen.

Allgemein gilt, daß bei Herausnahme von vorhydriertem Mittelöl als Dieselöl, die 6434-Kammern teilweise oder ganz außer Betrieb sind.

Dieselöl-Qualität.

In der Tabelle II sind einige im 6- und 1 Ltr.-Ofen erhaltene b-Mittelöle aus der Vorhydrierung von Steinkohle zusammengestellt.

Daraus ergibt sich, daß die bei der Vorhydrierung von Steinkohle-Verflüssigungsmittelöl erhaltenen b-Mittelöle eine Cetanzahl von ca. 35 haben. Bei der Vorhydrierung mit Kontakt 5058 dürfte eine Cetanzahl von ca. 40 erreicht werden. Die Steinkohlen-Dieselöle haben einen sehr tiefen Stockpunkt -- unter -35°C --, die Viskosität ist mit 1,08 cP bei 20° allerdings etwas gering.

Ferner dürfte es nötig sein, falls in einer Steinkohle-Anlage Dieselöl erzeugt werden soll, für dieses Dieselöl eine Laugewäsche und Wasserwäsche vorzusehen.

gez. Oettinger

2 Tabellen.

070

TABLE II

Properties of B-Middle Oils from Prehydrogenation of B.H. Coal Apparation Middle Oil
 Eigenschaften des b-Mittelöls aus der Vorhydrierung von Steinkohle-Verflüssigungs-Mittelöl.

Solubility Catalyst	5058		5058		5058/7945		5058/7846		7846
	5058	5058	5058	5058	5058/7945	5058/7846	5058/7846		
Hydrogenation Catalyst	53	37,3	23,4	20,0	23,4	27	22	44	
% Gasol in Product									
Benzin in Abgas									
B-Middle Oil									
Spec. Grav. 15°C	0,861	0,856	0,876	0,898	0,878	0,872	0,876	0,876	
Specific Gravity 15°C	53	49	41	34	31	38	38	41	
Initial Boil. Point °C	212	190	196	195	189	200	187	185	
End Boil. Point °C	303	305	310	308	309	307	318	310	
Cetane Number	--	43 (x)	40(x)	35 (x)	30	37	34,5	35	
Pour Point °C	--	--	--	--	--	below -350	--	--	
Viscosity at 20°C	--	--	--	--	1,085	1,085	--	--	
Flash Point	--	0,03	10,07	0,35	0,007	--	--	--	

(x) Recalculated from Cetane number
 Aus Cetanzahl umgerechnet.

7-273

KCBraun
3/17/47

DIESEL OIL PRODUCTION IN BITUMINOUS COAL
HYDROGENATION PLANTS.

By Gettinger, Ludwigshafen, 5. June, 1941.

Table I indicates some possibilities of diesel oil production in a bituminous coal hydrogenation plant.

Summary:

I. The maximum quantity of diesel oil that can be produced in a bituminous coal hydrogenation plant of a capacity of 200,000 t/ann. auto gasoline is 125,000 t/ann.; 82,000 t/ann. auto gasoline are produced with it. With a production of about 100,000 t/ann. aviation gasoline, the diesel oil produced is about 90,000 t/ann.

If a bituminous coal hydrogenation plant with a capacity of about 200,000 t/ann. auto gasoline and 200,000 t/ann. fuel oil is converted to diesel oil production, only 78,000 t/ann. diesel oil, besides about 125,000 t/ann. auto gasoline and 200,000 t/ann. fuel oil can be produced, due to the increased quantity of liquid phase gasoline. When aviation gasoline is produced, the above diesel oil quantity drops to about 55,000 t/ann.

II. In the production of diesel oil the quality of the gasolines produced with it deteriorates in proportion to the diesel oil quantity (octane number of the aviation gasoline estimated about 71 M.M., octane number of the auto gasoline 55-60).

III. The 6434 vapor phase is partially or entirely down.

IV. The diesel oil produced has an ^{ce}octane number of 35 to 40 (thinned or concentrated prehydrogenation catalyst).

The pour point of the diesel oil is very low, below -35° C, though its viscosity at 1.08° E/20° C is also low.

V. If diesel oil is to be produced in a bituminous coal hydrogenation plant, we must provide:

- a.) separate product distillation for 5058 and 6434.
- b.) the 5058 c.p.p. distillation column must be so laid out that a light gasoline (-120° C, an intermediate fraction 120-130°) and middle oil (>180° C) can be cut out.
- c.) lye and water wash for the diesel oil.

072a

d.) adequate intermediate and finished product tanks.

The attached Table 1. shows some possibilities to take diesel oil out of the vapor phase, starting from 1000 kg of liquid phase gasoline and middle oil.

In case a.), the liquid phase is running gasoline and middle oil, in case f.), gasoline, middle oil and heavy oil (fuel oil).

In each case the normal operating method, running auto and/or aviation gasoline, is compared with an operating method (Fahrweise) in which diesel oil is taken out after saturation (prehydrogenation). Besides diesel oil, auto and/or aviation gasoline is produced.

For case s.), no fuel oil, the following production possibilities exist for a plant producing 200,000 t/ann. auto gasoline:

Production in t/ann.				
Auto gasoline	200,000		82,000	
Aviat.gasol. O.N. 87		180,000		100,000
Diesel Oil			126,000	93,000
Total Production	200,000	180,000	208,000	193,000

For case b.), fuel oil, the following approximate production possibilities exist:

Production in t/ann.				
Auto gasoline	200,000		127,000	
Aviat.gasol. O.N. 87		185,000		134,000
Diesel Oil			78,000	54,000
Fuel Oil	200,000	200,000	200,000	200,000
Total Production	400,000	385,000	405,000	388,000

As may be seen from Table 1, in the production of auto gasoline and diesel oil the saturation gasoline is taken out as auto gasoline, the gasoline is not quite up to standard ("siedegerecht," -too little low boiling constituents), and the middle oil boiling above the gasoline is taken out as diesel oil (maximum diesel oil quantity). The 6434 stills are idle in this case. If a part of the diesel oil is run over 6434, the quantity and quality of auto gasoline can be correspondingly improved.

072 R

If aviation gasoline is to be produced besides diesel oil, the 5058 and 6434 products should properly be distilled separately and in such a manner that the 5058 product (Abstreifen) is split into gasoline to about 120°C, a heavy gasoline 120-180°C and middle oil >180°C. The heavy gasoline and a part of the middle oil are processed to aviation gasoline over 6434 so that its mixture with the saturation gasoline to about 120°C will give the finished aviation gasoline. The aviation gasoline so produced should be nearly equal in quality to VT705 gasoline.

Generally speaking, the 6434 stalls are either partially or entirely inoperative when saturated middle oil is taken out as diesel oil.

DIESEL OIL QUALITY

Table II shows the properties of some B-middle oils produced in 6 and 1 liter converters by prehydrogenation of bituminous coal.

It indicates that the B-middle oils from prehydrogenation of bituminous coal liquefaction middle oil have a cetane number of about 35. In saturating with catalyst 5058 a cetane number of about 40 may be obtained. The bituminous coal diesel oils have a very low pour point, below -35°C, though the viscosity at 1.08° E/20°C is somewhat low.

Furthermore, it may be necessary to provide a lye and water wash for such diesel oil produced in a bituminous coal hydrogenation plant.

Table 3

3-273

Possible Diesel Oil Production in B.P. Coal Hydrogenation Plant

	a) 1000 kg L. Ph. Gasol. + Mi-Oil to Gasol. 5050				b) 1000 kg L. Ph. Gasol. + Mi-Oil to Gasol. + Fuel 5050			
	963	962	962	962	950	950	950	950
kg G.P. Product	378 - 150°	378 - 150°	378 - 150°	378 - 150°	378 - 150°	378 - 150°	378 - 150°	378 - 150°
kg Gasol. 2°	—	—	—	150 - 150°	—	—	—	225 - 150°
kg Heavy Gasol.	—	—	—	150 - 150°	—	—	—	225 - 150°
kg E-Mi-Oil	530 - 150°	572 - 150°	560 - 150°	520 - 150°	530 - 150°	525 - 150°	560 - 150°	560 - 150°
5435	—	—	—	(1)	—	—	—	(1)
kg Gasol. 2°	940 - 150°	942 - 150°	—	872 - 150°	935 - 150°	942 - 150°	—	855 - 150°
Net Production								
kg Auto Gasol.	910	—	378	—	921	—	935	—
kg Auto Gasol.	—	—	—	—	—	—	—	—
kg Diesel Oil	—	—	—	—	—	—	—	—
Net. Fuel Products	910	—	378	—	921	—	935	—
				(1) Make-up oil for 5435 150 kg Heavy Gasol. & 150 kg E-Mi-Oil oil				(1) Make-up oil for 5435 225 kg Heavy Gasol. & 150 kg E- mi-oil,
					(2) Also 920 kg Le-Phase Product Heavy oil as fuel oil.			

TABLE II

7-273

Properties of B-Middle Oils from Prehydrogenation of Bit. Coal Hydrocarbon Middle Oil.

Separation Catalyst	5054	5055	5056	5057	5058/ 7845	5059/ 7846	7845	7846
% Gasol. in Fraction	53	37.3	33.4	30.5	23.4	27	27	23
B-Middle Oil								
Spes. Grav.	0.661	0.651	0.676	0.683	0.672	0.672	0.676	0.676
Asphaltene %	53	30	31	34	31	35	35	32
Initial Boil °C	212	199	196	193	189	200	187	185
S.P. °C	304	305	310	308	309	307	315	310
Octane Number	—	15 ^(a)	15 ^(a)	14 ^(a)	13	17	14.5	15
Pour Point °F	—	—	—	—	Below -15°	Below -15°	—	—
Viscosity ¹ / ₁₀₀ °	—	—	—	—	1.055	1.055	—	—
% Solids	—	0.05	0.07	0.11	0.107	—	—	—

(a) Reconstituted from octane number.

A. Feil

①

54-3
(C)

Vorausschätzung
der Kosten von Fliegerbenzin (Typ O.Z.87)
aus oberschlesischer Steinkohle
in Pölitz.

T-430

Die Vorausschätzungen gründen sich auf Versuche, die mit oberschlesischer Steinkohle (Beuthen- und Heinitzgrube) in Ludwigshafen/Oppau durchgeführt wurden. Es sind folgende Ergebnisse zu erwarten, wobei nach dem Grossversuch zu erwarten ist, dass die Vergasung in der Sumpphase im eingefahrenen Betrieb noch um 1-2% niedriger wird.

700 atm Sumpphase:

Abbau %	96
Leistung (bez. auf verfügb. Ölgehalt) kg/Ltr. u. Std.	0,26
Vergasung (bez. auf verfügb. Ölgehalt + Vergasung) %	24

	300 atm Vorhydrierung	300 atm Benziniierung
Durchsatz bzw. Leistung kg/Ltr/Std.	0,8	0,45
Vergasung (bez. auf Bi+Hi+Verg.) %	3,5	20
Konzentration (Benzin im Abstreifer) %	55	60

193752

073

Der Verarbeitungsgang geht davon aus, dass die Kohlehydratierung in den 4 in Pölitze vorhandenen 4-fach-Kohlekammern (141 cbm Reaktionsvolumen) erfolgt. In diesen lassen sich unter obigen Voraussetzungen aus 535 000 tate Rohkohle (mit 5% Asche und 10% Wasser) gewinnen:

293 000 tate Sumpffasemittelöl + Benzol.

In 2 Vorhydrierungskammern (46 cbm Reaktionsvolumen) + 2 Benzinierungskammern (42 cbm Reaktionsvolumen) werden diese übergeführt in:

244 000 tate L-Benzin (Typ O.2.87, verbleit).

Neben den 244 000 tate = 30,5 stute L-Benzin fallen Hydrierabgase mit einem Heizwert von insgesamt $230 \cdot 10^6 \text{ WE/h}^1$ an. Entsprechend den tatsächlichen Verhältnissen in Pölitze ist angenommen, dass nur Treibgasgewinnung nur der als Reichgas anfallende Teil des Hydrierabgases, mit etwa 88,5% des gesamten Propan-Butan-Anfalls, herangesogen wird. Weiter wird die Ausbeute bei der Kolonnensertigung mit 90% des vorhandenen Propan und Butan angenommen. Unter diesen Umständen beträgt der Anfall an

Treibgas 71 000 tate = 8,9 t/h.

Das restliche Hydrierabgas dient zur Wasserstoffherstellung und zwar lassen sich daraus nach dem Spaltverfahren 56 000 cbm H_2/h herstellen. Der gesamte Wasserstoffbedarf beträgt 95 800 cbm H_2/h , sodass aus dem Hydrierabgas 58% des Wasserstoffverbrauchs gedeckt werden. Die restlichen 39 800 cbm H_2/h werden aus Koks erzeugt.

1) Hierbei ist eine Ausbeute von 95% der rechnerisch ermittelten Hydrierabgasmenge angenommen.

Zur Deckung des Heizgasbedarfs dienen, wiederum den tatsächlichen Verhältnissen in Pölitz entsprechend, Heizgasgeneratoren. Den Heizgasbedarf der Hydrierung schätzen wir auf $84 \cdot 10^6 \text{ WE/h}$ denjenigen der Hygasspaltung auf $56 \cdot 10^6 \text{ WE/h}$
 $140 \cdot 10^6 \text{ WE/h}$

Davon werden durch den Restwassergasanteil der Koksgeneratoren gedeckt $25 \cdot 10^6 \text{ WE/h}$
sobald in der Heizgasanlage zu erzeugen sind $115 \cdot 10^6 \text{ WE/h}$

Bei der elektrischen Energie ist angenommen, dass-gemäss einer Angabe von Pölitz - $200 \cdot 10^6 \text{ KW}$ als Fremdstrom bezogen, der Rest im eigenen Kraftwerk erzeugt wird.

Für die Preise von Kohlen, Koks und Energien wurden, soweit solche bekannt sind, Angaben aus Pölitz verwertet. Ein kleiner Teil der Preise, insbesondere der Dampfpreis, wurde roh geschätzt. Die Gutschriften für das Treibgas sowie für den bei der Heizgas erzeugung anfallenden Teer wurden vorsichtig gewertet: für das Treibgas sind 150 Mk/t , für den Teer 55 RM/t eingesetzt.

Die Anlagekosten wurden auf Grund von hier vorhandenen Unterlagen für ähnliche Anlagen auf die angegebene Produktion von $244 \text{ 000 tate L-Benzin}$ überschlägig umgeschätzt. Es ergaben sich Gesamtanlagekosten in Höhe von

234 Millionen Mark.

d.h. knapp $1000.- \text{ Mk/Jahrestonne Benzin}$.

Die Kosten für Reparaturen sind aus den Anlagekosten wie folgt errechnet:

in der eigentlichen Hydrierung und der Wasserstoffherzeugung	mit 6,5% pro Jahr
in der Energieherzeugung	mit 2,0% "
in der Heizgasherzeugung	mit 5,0% "
in den Nebenanlagen	mit 2,0% "

Die so errechnete Summe ergibt unter Zugrundelegung von 3,40 RM
je Schlosserstunde die Zahl der Handwerker.

Zur Berechnung der Verzinsung ist angenommen, dass die dem
Aktienkapital entsprechende Summe von

110 Millionen RM mit 5%,

der Rest von 124 Millionen RM mit 6%

verzinst wird. Daraus errechnet sich eine mittlere Verzinsung
von 5,55%.

Die General-Unkosten sind roh geschätzt und mit 2,5% der
Gestehkosten (ohne Verzinsung des Kapitals) eingesetzt.

Auf diesen Voraussetzungen wurden aufgebaut:

- 1.) eine Betriebskostenschätzung für die Hydrierung
(einschl. Bilanz, Verarbeitungsgang und Energie-
aufstellung),
- 2.) eine Schätzung der Grundkosten (einschl. über-
schlagiger Schätzung der Anlagekosten).

Hochdruckversuche Lu
Lu 558

14.10.1941. Wch. g

T-430

1.) Betriebskostenschätzung
für die Hydrierung von oberschles. Stein-
kohle auf L-Benzin (Typ O.2.87)
in Pölitz.

<u>Rohmaterialien:</u>	<u>RM/t L-Benzin</u>	
2,18 t TK ₁₀ 5% Asche à 22,50 M/t	49.--	
5155 cbm Wasserstoff à 5,45 Pf./cbm	171.--	
4590 cbm Hy'gas-Gutschr. m. 1000 WE à 0,658 Pf./1000 WE	28,90	
290 kg Treibgas à 15 Pf./kg	43,50	147,60
<u>Hilfsstoffe:</u>		
24 kg 1181 à 1,63 Pf./kg	0,40	
31,6 kg Bayermasse à 1,8 Pf./kg	0,57	
6,0 kg Sulfigran à 30 Pf./kg	1,80	
0,189 Ltr. 5058 à 12,50 "	2,36	
0,173 Ltr. 6434 " 4,15 "	0,72	
5 Ltr. Natronlauge à 0,15 "	0,75	6,60
<u>Spesen:</u>		
<u>Energien:</u>		
0,79 t HD-dampf à 3.-M/t	2,37	
3,16 t HD-dampf " 2,60 "	8,21	
2730 cbm Heizgas m. 1000 WE à 0,658 Pf./1000 WE	18.--	
232 cbm Wasser à 1 Pf./cbm	2,32	
1170 KW Strom à 2 Pf./KWh	23,40	54,30
<u>Löhne:</u>		
303 Mann/Schicht = 11,0 Arb' std./t Bi à 0,85	9,35	
Dazu Zuschläge 78%	7,30	
Gehälter einschl. Zuschläge 24% v. Lohn + Zuschl.	3,98	
Betr' material 20% vom Lohn	1,87	22,50
<u>Reparaturen:</u>		
6,5% v. 78,8 Mill. RM. f. Hydrierung	21.--	
2% v. 19,7 Mill. RM. f. anteil. Nebenanl.	1,62	22,62
<u>Amortisation + Steuern:</u>		
9% von 98,5 Mill. RM. f. Hydr. + Nebenanl.	36,40	
2% " " " " " " " "	8,08	44,48
		298,10
<u>Generalunkosten:</u>		
2,5% v. 298,10 RM. Gestehkosten	7,45	
<u>Versicherung:</u>		
5,53% v. 113,3 Mill. f. Hydr. + Nebenanl. + 15% sonst. Kap' bedarf	25,75	
<u>Lizenzen:</u> f. Benzin 7,35 RM; f. Treibgas 1,50 RM/t L-Benzin	8,65	41,85
		<u>339,95</u>

Verarbeitungsgang:

B-Phase, 700 atm:

Vorbereitung	67,0 stute Rohkohle
Mahltröcknung	67,0 " "
10 → 2% Wasser	0,74 " Kat. 1181
	<u>67,74 stute</u>
Breimahlung	62,24 stute TKg + Kat. 1181
	0,92 " Kat 6512
	0,18 " Kat 6709
	74,7 " Anreibedl + Gleitöl
	6,29 " Abschl. Kaltrückfg.
	<u>144,33 stute</u>
Breipressen	2,14 " "
Spültpumpen	3,5 " "
Wasserpumpen	250 000 m ³
Gasumlauf	69 100 m ³
Kompression	
300 → 700 atm	
Ölwäsche	173 m ³
Leistung	0,25 m ³
Reakt'raum	141 m ³
Ofensysteme	16 Ofen, 15/18 m lang, 1000 Ø
Kammern	4 (000)
Schleuderei	85,8 stute
Schwelerei	18,6 " "
Abstr. Destill.	78,7 " "
Abg. d. Kol.	9,5 " Bensen -200°
	27,18 " Mittelöl -325°

G-Phase, 500 atm:

Vorhydrierung:	36,68 stute G-Bi+Mi
Einspr-Pumpen	3,4 " "
Wasserpumpen	148 000 m ³
Gasumlauf	0,8 " "
Durchsatz	46 m ³
Kat'volumen	5,6 Ofen, 18 m lang, 1000 Ø
Ofensysteme	2 (000)
Kammern	35,0 stute
Abstr. Destill.	11,5 " Bi-150°
Abg. d. Kol.	
Bensinierung:	23,25 stute Vorhydr. Mittelöl
Einspr'pumpen	12,47 " b-Mittelöl
	<u>35,72 stute</u>
Wasserpumpen	3,6 " "
Gasumlauf	71 500 m ³
Leistung	0,45 " "
Kat'volumen	42,8 m ³
Ofensysteme	2,15 Ofen
Kammern	1 (000) + 1 (00)

Abstr'destillation	51,8 stufe	
Abg.d.Kol.	19,1 "	Bi -190°
Entbensinierung und Treib-	8,9 "	G3 + G4
gasgewinnung	+ ca. 2,5 "	G5
Bi-Stabilisierung	30,6 "	
Bi-Wäsche	30,6 "	

H₂-Verbrauch:

S-Phase	69 100 m ³
G-Phase	26 700 m ³
	95 800 m ³ /h

Bygas-Anfall:

S-Phase	162 · 10 ⁶ WE/h
G-Phase	70 · 10 ⁶ WE/h
	232 · 10 ⁶ WE/h

7

878

T-130

Energie tabelle
für I-Benzin aus überschles.
Kohle.

	Menge	HD	ND	Gas	Wass- ser	H- Spg.	N- Spg.	Mann/ Schicht
S-Phase, 700 atm								
Vorbereitung	67	-	0,68	-	-	448	111	5
Mahl-trocknung	67,7	-	0,45	9000	-	575	76	7
Breimahlung	144,3	2,52	3,32	-	9	2630	263	7
Breipressen	144,3	-	5,75	-	-	9450	100	23
Wasserpumpen/Spülblp.	6,6	-	-	-	-	264	1	4
Gasumlauf	230000	-	-	-	-	1370	23	9
Kompression	69100	-	-	-	208	4850	-	10
Kammern	147	1,47	25,0	31600	1660	1850	413	23
Ölwäsche	173	-	17,3	-	58	1120	190	12
Schleuderei	85,8	3,02	1,56	-	2	-	243	15
Schweiderei	18,6	1,12	0,86	3700	240	740	2	40
Abstr. Destill.	78,7	-	5,1	17400	1080	-	244	12
G-Phase, 300 atm								
Vorhydrierung:								
Einspr' pumpen	36,7	-	-	-	-	468	3	6
Wasserpumpen	3,4	0,52	-	-	4	-	71	3
Gasumlauf	148000	-	0,53	-	-	735	12	6
Kammern	36,7	-	0,7	-	400	565	42	14
Abstr. Destill.	35,0	-	1,77	6950	500	-	140	3
Benzinierung:								
Einspr' pumpen	35,7	-	-	-	-	455	6	6
Wasserpumpen	3,6	0,6	-	-	1	-	72	3
Gasumlauf	71500	-	0,25	-	-	360	5	4
Kammern	35,7	-	0,68	3580	386	550	41	14
Abstr. Destill.	31,8	-	1,54	6050	452	-	127	3
Entbenz. u. Treibgas	11,4	5,7	1,9	-	620	2120	-	20
Bi-Stabilisierung	30,6	4,95	0,87	-	263	-	61	4
Bi-Wäsche	30,6	-	0,59	-	9	-	23	3
Zwischentank	30,6	3,4	6,8	-	-	-	430	12
Verk'tanklager								4
Hygas-Gasometer	30,6	0,92	6,1	306	218	31	250	2
Büros, Labors								20
Nebenanlagen	-	-	150	-	1000	4000	-	
	-	24,22	96,75	83386	7106	32581	3230	303
Energie pro t I-Bi:	-	0,79	3,16	2730	232	35811	1170 $\frac{KW}{t}$	

3. Teil
T-430

2.) Schätzung der Grundkosten für die
Herstellung von 244 000 t L-Benzin (Typ O.2.87)
aus oberschles. Steinkohle in Pölitz.

	RM/Jahr	RM/t L-Benzin
A) Hydrierkohle:		
Hydrierkohle: 535 000 tate à 22,50 M/t	12 050 000.-	49,50
B) Betriebskosten:		
Koks: 267 000 tate à 30.-M/t	8 010 000.-	32,80
Energiekohle: 389 000 tate à 19,80"	5 370 000.-	22.-
Heizgaskohle: 184 000 tate à 18,80"	3 460 000.-	14,15
Fremdstrom: 200x10 ⁶ KW/Jahr à 2 Pf./KWh	4 000 000.-	16,40
		85,35
Hilfestoffe: für Hydrierung	1 608 000.-	6,59
für H ₂ -Erzeugung		
Kat I-III f. Spaltung	147 000.-	-,61
Kat 2. Konvertierung	154 000.-	-,63
		7,83
Löhne: 1790 Mann x 8x365 à 0,85 RM/Std.	4 450 000.-	18,20
dazu Zuschläge 78%	3 500 000.-	14,30
Gehälter einschl. Zuschl. -		
24% von Lohn + Zuschl.	1 900 000.-	7,75
Betriebsmaterial 20% v. Lohn	890 000.-	3,65
		43,90
Reparaturen: 970 Schlosser x 8x365 à 3,40 RM/Std.	9 640 000.-	39,30
		225,68
C) Kapitaldienst:		
Amortisation: 9% v. 203,5 Mill. RM	18 300 000.-	75.-
Feuerschutz + Steuern: 2% v. 203,5 Mill. RM	4 070 000.-	16,65
Versicherung: 5,53% v. 234 Mill. RM	13 000 000.-	53,20
		144,85
		370,53
D) Generalunkosten u. Lizenz:		
Generalunkosten 2,5% v. Gestehkosten ohne Verzinsung = 317,13	1 930 000.-	7,90
Lizenz f. Benzin 200 000 t à 7,50 1 500 000.-	1 797 000.-	7,35
à 7,44 1 488 000.-		
à 6,75 297 000.-		
Lizenz f. Treibgas 56000 t à 4,50 252 000.-	316 500.-	1,30
15000 t à 4,30 64 500.-		
		16,55
		387,08
E) Gutschriften:		
Teer aus Heizgaszerzeugung, 15000 tate à 55.-RM/t	225 000.-	3,38
Treibgas 71000 tate à 150.-RM/t	10 650 000.-	43,50
		46,88
		340,20

Hochdruckversuchs Lu
Lu 558

14.10.1941. Woch. 5

T-430

Anlagekosten.

	<u>Mill. RM</u>	
Eigentliche Hydrierung:		
Sumpfphase	56,8	
Gasphase	<u>22,0</u>	78,8
Wasserstoff-Herstellung 95 200 m ³ /h		39,0
Energie-Erzeugung (einschl. Wasser)		36,0
Heiogas-Erzeugung		<u>9,0</u>
		162,8
Nebenanlagen 25%		<u>40,7</u>
Sonstiger Kapitalbedarf 15%		<u>30,5</u>
		<u>234,0</u>

14.10.1941. wch. 5

4. Teil
(11.10.1941)

Nachtrag.

Überschlägige Schätzung der Kosten
von D H D - Benzol.

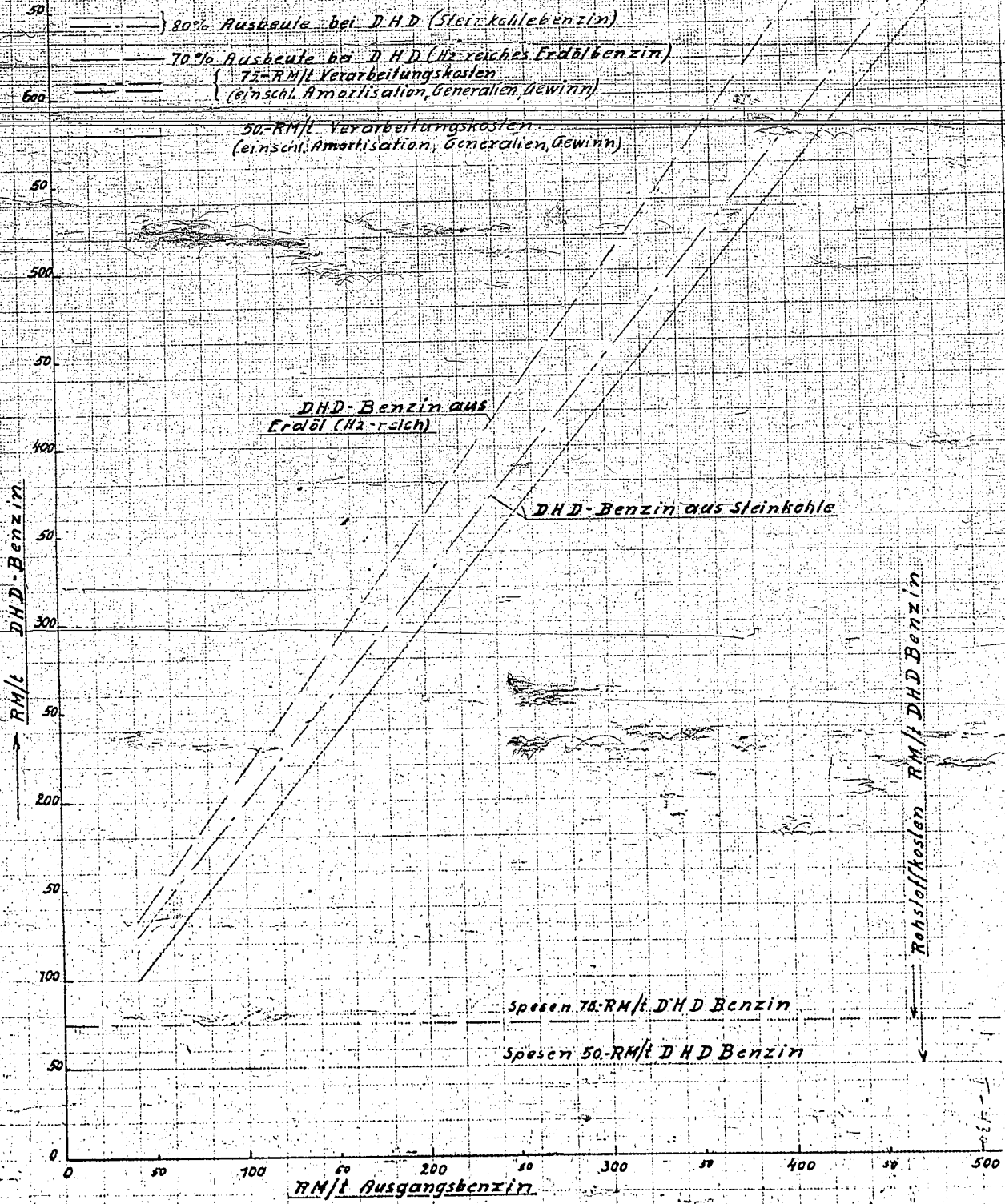
Bei einem Preis von 340.-RM/t L-Benzol (Typ O.2.67) wird sich die Ausgangsfraktion für die Herstellung von DHD-Benzol auf etwa 320.-RM/t stellen.

Der Preis für das daraus gewinnbare DHD-Benzol ist aus der beiliegenden Darstellung abzulesen. Dabei sind 2 Fälle für die Dehydrierung von Steinkohle-Benzol angenommen: in einem Fall sind die Verarbeitungskosten (einschl. Amortisation, Generalunkosten und Gewinn) sehr vorsichtig mit 75.-RM/t, im anderen Fall mit 50.-RM/t DHD-Benzol eingesetzt.

Zum Vergleich können die Kosten von DHD-Benzol aus H₂-reichem Erdölbenzol bei Verarbeitungskosten von 75.-RM/t abgelesen werden.

Kosten pro t DHD-Benzin

in Abhängigkeit vom Preis des Ausgangsbenzins.

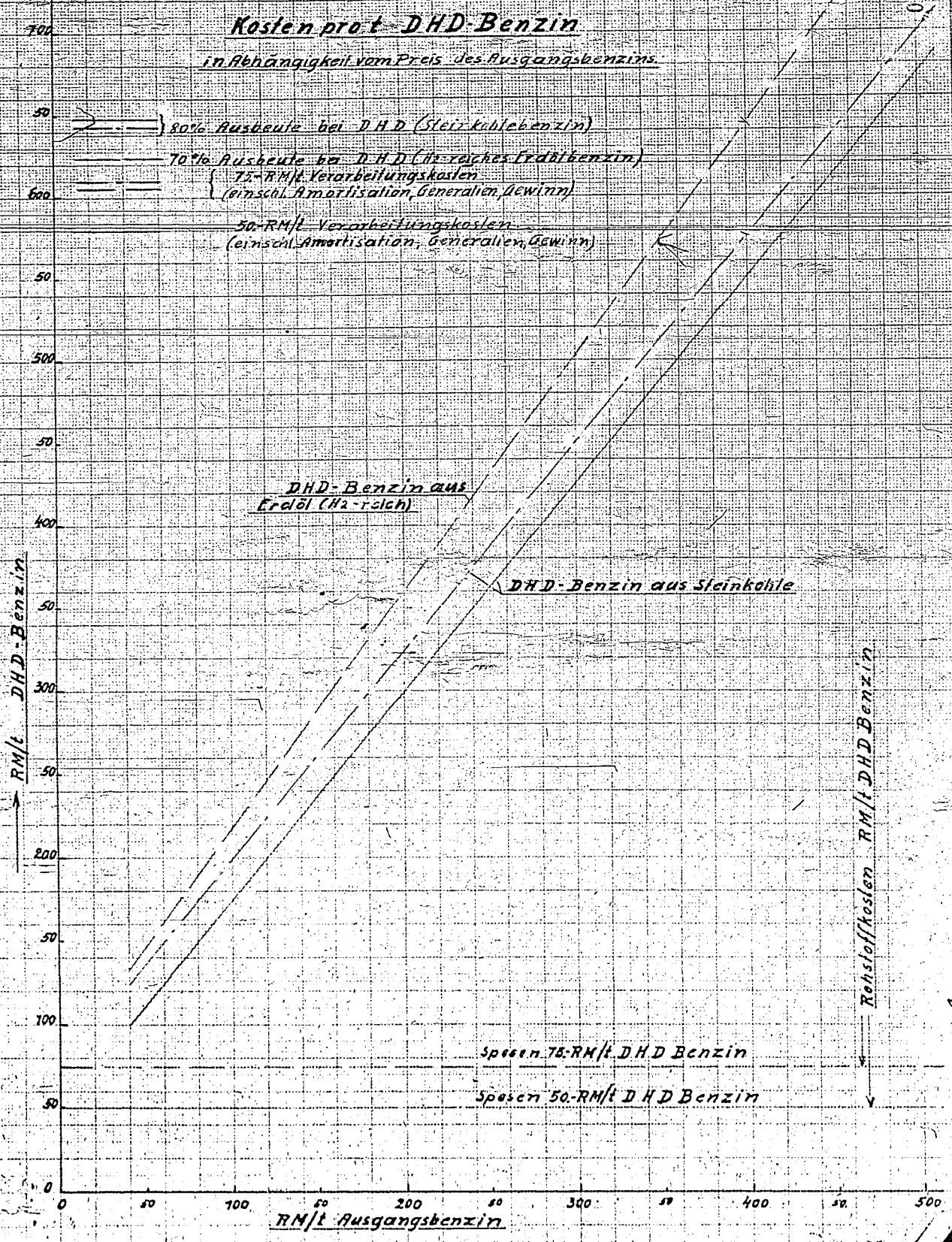


T-1/30

IG-Forschungsinstitut für Kohlen- und Erdölverarbeitung
Ludwigshafen a. Rhein
Sitz: Mainz, A 1597 (K 1000)

Kosten pro t DHD-Benzin

in Abhängigkeit vom Preis des Ausgangsbenzins



UNITED STATES
 DEPARTMENT OF THE INTERIOR
 BUREAU OF MINES
 OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUEL
 LOUISIANA, MISSOURI

From Dr. Pier's File

1-4-50

W. M. Sternberg
 Dec. 31, 1947

High Pressure Experiments In Folitz 10/4/41, Wch.
 Ludwigshafen, 558

ESTIMATION OF THE COSTS OF AVIATION GASOLINE
 (TYPE O.Z. 87) FROM UPPER SILESIAN BITUMINOUS
 COAL

The estimates are based on tests run in Ludwigshafen
 Oppau with the Upper Silesian bituminous coal (the
 Bouthen and Heinitz mines). The following data are
 used as the basis of estimates, with the expectation
 that the gasification will be further reduced in the
 gas phase in large scale operations by 1 - 2 percent.

700 atm Liquid Phase:

Utilization	96 percent
Production (referred to avail. oil production)	0.26 kg/li/h
Gasification (referred to avail. oil product. + gasif.)	24

	500 atm prelim. hydrogenation	500 atm benzine
--	----------------------------------	-----------------

Thruput, or output, kg/li/h	0.3	0.45
Gasification (to gasoline + middle oil + gasif.)	7.5	20
Concentration (percent gasoline in catchpot)	33	60

085a

The operations are conducted by hydrogenating coal in the four stalls of four converters each (141 cbm reaction volume) in Politz. On the basis of the figures given, 535,000 te/year of coal (with 5 percent ash and 10 percent water) can produce 295,000 te/year of liquid phase middle oil + gasoline.

In the two stalls for the preliminary hydrogenation (46 cbm reaction volume) + 2 benzination stalls (42 cbm reaction volume) the above amount is converted into 244,000 te/year of aviation gasoline (O.N. 87 with lead).

In addition to the 244,000 te/year = 30.5 te/h of aviation gasoline, there are produced hydrogenation off-gases with a heating value of 230×10^6 h.u./h*.

It is assumed, in accordance with the Politz practice, that only the rich part of the off-gas, with a total content of about 83.5 percent propane-butane, is used for the production of rich gas. It is further assumed that in the distillation in the column the yield consists of 90 percent of the available propane and butane. With these assumptions, the production of power gas will be

71,000 te/year = 8,9 te/h

The residual hydrogenation off-gas is used in the preparation of hydrogen and 56,000 cbm H₂/h can be obtained from it by splitting. The total requirements of hydrogen amount to 95,800 cbm H₂/h, and the hydrogenation off-gas covers 58 percent of the hydrogen consumed. The balance, 39,800 cbm H₂/h are produced from coke.

The fuel gas requirements, again in accordance with the actual Politz requirements, are covered by the output of fuel gas generators. The fuel gas requirements for the hydrogenation are estimated at

	84 x 10 ⁶ h.u./h
of hydrogenation gas-splitting	56 x 10 ⁶ " "
	140 x 10 ⁶ " "

* Based on a 95 percent yield of the hydrogenation of off-gases, obtained by calculation.

085 b

Of this amount, the residual water gas proportion of the coke gas producers furnish

- 25 x 10⁶ h.u./h

and the fuel gas installation must produce

115 x 10⁶ " "

The electric power requirements are assumed, in accordance with the Politz data, to be 200 x 10⁶ kw from outside sources, which are best supplied by a power plant.

Whenever known, the prices for coal, coke and power were those in Politz. A small part of the prices, in particular the cost of steam, has been roughly estimated. Credit for the power gas, as well as for the production of fuel gas, have been conservatively evaluated: the power gas at 150 Mk/te, the tar at 55 Mk/te.

The installation costs were recalculated to a 244,000 te/year aviation gasoline installation from the data here available for the installation costs. The total installation costs were figured to 234 million mark, i.e. slightly below 1000 Mk/te/year of gasoline.

The repair costs were calculated from the installation costs as follows:

In the hydrogenation proper and the hydrogen production at	6.5 percent/year		
Power production	2.0	"	"
Fuel gas production	3.0	"	"
Other installations	2.0	"	"

The number of operators is obtained by dividing the sum of the above by 3.40 RM/h mechanics' work.

The interest charges were figured on a stock capital of 110,000.000 RM at 5 percent
 the balance 124,000.000 RM " 6 "

From these figures, the average interest rate is figured to 5.53 percent.

The general costs were roughly estimated at 2.5 percent of the operating costs (without the interest on the capital investment).

085c

These assumptions were used for arriving at:

1. an estimate of the operating costs of hydrogenation (including the balance, course of operations and power).
2. an estimate of the basic costs (including the estimated installation costs)

1. ESTIMATED OPERATING COSTS OF HYDROGENATION OF UPPER SILESIA BITUMINOUS COAL TO AVIATION GASOLINE (O.N. 87) IN
POLITZ

Part 2.

Raw materials:

RM/te aviat. gasol.

2.18 te dry coal, 10.5 percent ash, at 22.50 M/te		49.--	
3135 cbm hydrogen, at 5.45 Pf/cbm		171.--	
4390 cbm credit for hydrogenation gas with 1000 h.u., at 0.658 Pf/1000 h.u.			
290 kg power gas, at 15 pf/kg, credit		28.90	
		<u>43.50</u>	147.60

Auxiliary materials:

24 kg 1181, at 1.65 pf/kg	0.40	
31.6 kg Bayor mass, at 1.8 pf/kg	0.57	
6.0 kg sulfigran, at 30 pf/kg	1.80	
0.189 li 5058, at 12.50 " "	2.36	
0.173 li 6434, at 4.15 " "	0.72	
5 li caustic soda solution, at 0.15 pf/li	<u>0.75</u>	6.60

Costs:

Power:

0.79 te high pressure steam, at 3.0 M/te	2.37	
3.16 te low pressure steam, at 2.50 M/te	3.21	
2730 cbm fuel gas, 1000 h.u., at 0.658 pf/1000 h.u.	18.--	
232 cbm water, 1 pf/cbm	2.32	
1170 kw electric power, at 2 pf/kwh	<u>23.40</u>	54.30

085d

Wages:

RM/te aviat. gasol

303 man/shift = 11.0 hrs/te		
gasoline, at 0.85	9.35	
Overhead, 78 percent of wages	7.30	
<u>Salaries, including overhead,</u>		
24 percent of wages + overhead	5.98	
Work material, 20 percent of wages	1.87	22.50

Repairs:

6.5 percent of 78.8 mill RM for hydrogenation	21.00	
2 percent of 19.7 mill RM for auxiliary installations	1.62	22.62

Amortisation and taxes:

9 percent of 98.5 mill. RM for hydrogenation and auxiliary installations	36.40	
2 percent of 98.5 mill. RM for hydrogenation and auxiliary installations	8.06	44.48
		<u>298.10</u>

General Expense:

2.5 percent of 298.10 mill. RM installation costs	7.45	
---	------	--

Interest:

5.53 percent on 413.5 mill. f. hydrogen. + auxiliary installation		
+ 15 percent other capital req.	25.75	

Licences:

for gasoline 7.35 RM; for power gas		
1.30 RM/te aviation gasoline	8.65	41.85
		<u>339.95</u>

085e

Operations

Liquid Phase, 700 atm:

Preliminary crushing of coal	67.0	te/h raw coal
Drying, 10 → 2 percent water	67.0	" " "
Catalyst 1181	0.74	"
	67.74	"
Grinding the paste	62.24	te/h dry coal + cat. 1181
	0.92	" cat. 6512
	0.18	" cat. 6709
	74.7	" paste oil + glide oil
	6.29	" cold-HOLD return
Pumping the paste	144.33	"
Pumping the flushing oil	3.14	"
Pumping the water	3.5	"
Gas circulation	230,000	m ³
Compression 300 → 700 atm	69,100	"
Oil scrubbing	173	"
Performance	0.26	
Reaction space	141	m ³
Converter systems	16	converters, 15/18 m long, 1,000 mm diameter
Stalls	4	(coal stalls)
Centrifuging	85.8	te/h
Kilning	18.6	"
Catchpot distillation	78.7	"
distillate from column	9.5	" gasoline - 200°
	27.18	" middle oil - 325°

Vapor Phase, 300 atm:

Preliminary hydrogenation:		
Injection pumps	36.63	te/h gasoline + m.o.
Water pumps	3.4	"
Gas circulation	148,000	m ³
thruput	0.8	
catalyst volume	46	m ³
converter systems	5.6	convert. 18 m long, 1,000 mm int. diam.
Stalls	2	(000)
Catchpot distillation	35.0	te/h
distillate from column	11.5	" gasoline - 150°
Benzination:		
Injection pumps	23.25	te/h prehyd. m.o.
	12.47	" b middle oil
	35.72	"
Water pumps	3.6	"
Gas circulation	71,500	m ³
Performance	0.45	
Catalyst volume	42.3	m ³
converter systems	5.15	converters
Stalls	1	(000) + 1 (00)

085 P

Catchpot distillation	31.8	te/h
distillate from column	19.1	" gasoline - 150°
Gasoline recovery and power gas production	8.9	" C3 + C4
+ about	2.5	" C5
Gasoline stabilization	30.6	"
Gasoline washing	30.6	"

H₂ Consumption:

Liquid phase	69,100	m ³
Vapor phase	26,700	"
	95,800	"

Hydrogenation gas production:

Liquid phase	162x10 ⁶	h.u./h
Vapor phase	70x10 ⁶	h.u./h
	232x10 ⁶	h.u./h

085g

Power Table for Aviation Gasoline from Upper Silesian Coal.

	Amount	High Compr.	Low Compr.	Gas	Water	High voltage kw	Low voltage kw	Men/ shift
Liquid Phase, 700 atm								
Crushing	67	-	0.68	-	-	448	111	5
Drying	67.7	-	0.45	9,000	-	575	76	7
Grinding of paste	144.3	2.52	3.32	-	5	2,630	263	7
Pumping of paste	144.3	-	5.75	-	-	9,450	100	23
Water and flushing oil pump	6.6	-	-	-	-	264	1	4
Gas circulation	230,000	-	-	-	-	1,379	23	9
Compression	69,100	-	-	-	208	4,850	-	10
Stalls	147	1.47	25.0	31,600	1,660	1,850	413	28
Oil scrubbing	173	-	17.3	-	58	1,120	190	12
Centrifuging	85.8	3.02	1.56	-	2	-	243	15
Kilning	18.6	1.12	0.86	8,700	240	740	2	40
Catchpot distillation	78.7	-	5.1	17,400	1,080	-	244	12
Vapor Phase, 300 atm								
Prehydrogenation								
Injection pumps	36.7	-	-	-	-	468	8	6
Water pumps	3.4	0.52	-	-	4	-	71	3
Gas circulation	148,000	-	0.53	-	-	735	12	6
Stalls	36.7	-	0.7	-	400	565	42	14
Catchpot distillation	35.0	-	1.77	6,950	500	-	140	5
Benzination:								
Injection pumps	35.7	-	-	-	-	455	6	6
Water pumps	3.6	0.6	-	-	1	-	72	3
Gas circulation	715,00	-	0.25	-	-	360	5	4
Stalls	35.7	-	0.68	3,580	386	550	41	14
Catchpot distillation	31.8	-	1.54	6,050	452	-	127	5
Gasoline recovery and power gas	11.4	5.7	1.9	-	620	2,120	-	20
Stabilization	30.6	4.95	0.87	-	263	-	61	4
Washing	30.6	-	0.59	-	3	-	23	3
Intermediate tanks	30.6	3.4	6.8	-	-	-	430	12
Tank farm	-	-	-	-	-	-	-	4
Hydrogenation gasometer	30.6	0.92	6.1	305	218	31	250	2
Offices, laborat.	-	-	-	-	-	-	-	20
Auxiliary install.	-	-	15.0	-	1,000	4,000	-	-
	-	24.22	96.75	83,565	7,105	32,581	3,230	303
Power/te aviat. gasol -	-	0.79	3.16	2,730	232	35,811	1.170 kw/t	-

0851

2. ESTIMATED BASIC COSTS OF PRODUCTION OF
244,000 TONS AVIATION GASOLINE (O.N. 87) FROM
THE UPPER SILESIA BITUMINOUS COAL IN POLITZ

Part 3.

A). <u>Hydrogenation Coal:</u>	<u>RM/year</u>	<u>RM/ton aviat. gasol.</u>	
Coal for hydrogenation:			
535,000 tons/year, at 22.50 M/ton	12,050,000.-		49.30

B). Operating Sources:

Coke:			
267,000 tons/year, at 30.-M/ton	8,010,000.-	32.80	
Coal for power:			
389,000 tons/year at 13.80 M/ton	5,370,000.-	22.--	
Coal for fuel gas:			
184,000 tons/year at 18.80 M/ton	5,460,000.-	14.15	
Outside power:			
200x10 ⁶ kw/year at 2 Pf/kwh	4,000,000.-	16.40	85.35

Auxiliary substances:

For hydrogenation	1,608,000.-	6.59	
For H ₂ production			
Catalysts I - III for splitting	147,000.-	-.61	
Catalysts for conversion	154,000.-	-.63	7.83

Wages:

1790 men x 8 x 365 at 0.85 RM/h	4,450,000.-	18.20	
Overhead at 78 percent	3,500,000.-	14.30	
Salaries including overhead			
24 percent of wages + overhead	1,900,000.-	7.75	
Operation materials, 20 percent of wages	390,000.-	3.65	43.90

Repairs: 970 mechanics x 8 x 305 at 3.40 RM/h	9,640,000.-		39.30
			225.63

C). Capital expenses:

Amortization 9 percent of 203.5 mill. RM	18,300,000.-	75.--	
Fire protection and insurance:			
2 percent of 203.5 mill. RM	4,070,000.-	16.65	
Interest: 3.53 percent of 234 mill. RM	13,000,000.-	53.20	144.85
			370.53

085 L

D). General Expense and License: RM/year RM/te aviat. gasol.

General expense 2.5 percent of production costs without interest = 317.13	1,930,000.-	7.90	
License for gasoline 200,000 te at 7.50	1,500,000.-		
44,000 te at 6.75	297,000.-	1,797,000.-	7.35
License for fuel gas 56,000 te at 4.50	252,000.-	316,500.-	1.30
15,000 te at 4.30	64,500.-		
			<u>16.55</u>
			387.08

E). Credits:

Tax from fuel gas production 15,000 te/year at 55.-RM/te	825,000.-	3.38	
Power gas 71,000 te/year at 150.-RM/te	10,650,000.-	43.50	46.88
			<u>340.20</u>

Installation Costs

		<u>Mill. RM</u>
Hydrogenation proper:		
Liquid Phase	56.8	
Vapor Phase	22.0	78.8
Hydrogen production 95,200 m ³ /hr		39.0
Power production (including water)		30.0
Fuel gas production		9.0
		<u>162.8</u>
Auxiliary installations 25 percent		40.7
Other capital requirements 15 percent		30.5
		<u>234.0</u>

058j

Supplement

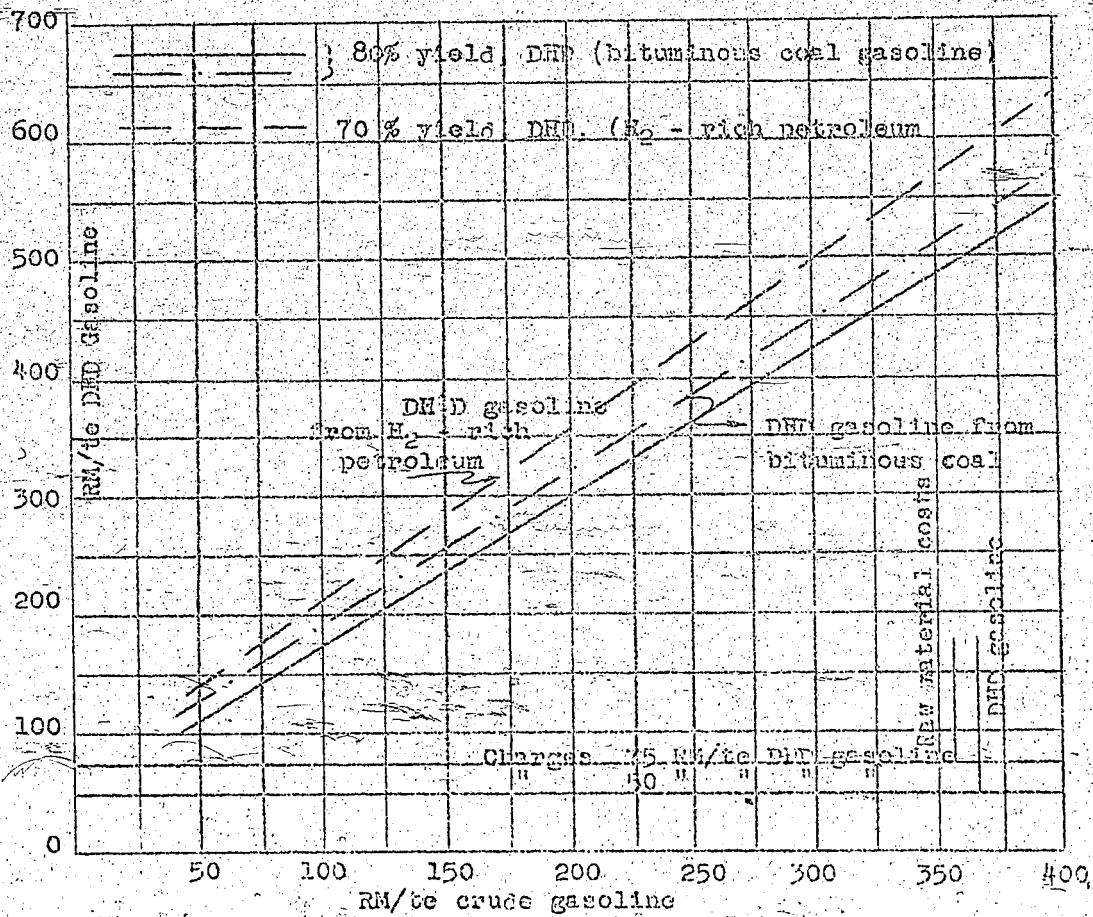
General Estimation Cost of the DED Gasoline

With a general price of 340.-RM/te for aviation gasoline (O.N. 87) the starting fraction for the preparation of DED gasoline will figure to about 320 RM/te.

The prices of the DED gasoline can be read off from the chart. Two cases are assumed for the dehydrogenation of bituminous coal gasoline: in one case the operating costs (including amortization, general expense and profit) are set very conservatively at 74.-RM/te in the other case at 50 RM/te of DED gasoline.

For the sake of comparison the cost of the DED gasoline from H₂ - rich petroleum gasolines will have to carry conversion costs of 75.-RM/te.

085 k



Costs per Te DHD Gasoline
in Relation to Cost of Crude Gasoline

085 l

Vergleichs-Schätzungen
für Autobenzin, L-Benzin und 170er Benzin
als Ausgangsbenzin für DHD.

Kapazität 250 000 Jato Autobenzin

Der Preis für das Ausgangsbenzin für die DHD-Stufe lässt sich nur unter gewissen Vorbehalten vergleichbar zu Autobenzin und L-Benzin schätzen. Dies liegt daran, dass die DHD-Stufe nicht einfach an die Hydrierung angehängt wird, sondern sich zwischen Stabilisierung und Wäsche einschleibt, da erst der Hochleistungskraftstoff (nach Zumischung des Leichtbenzins) stabilisiert und gewaschen wird. Stabilisierung und Wäsche erscheinen daher in den DHD-Schätzungen als Bestandteil der DHD-Stufe. Zwar ist hierbei die Stabilisierung nur für die Entfernung von Propan und Butan der DHD-Stufe gerechnet, jedoch spielt die Berücksichtigung der Gase aus der Hydrierung kostenmässig keine grosse Rolle. Dagegen muss die Gewinnung des Gasbenzins und Treibgases, die zwar für die Hydrierung und DHD-Gase in 1 Anlage vorgenommen wird, wegen der beträchtlichen Kosten sowohl anlage- wie spesenmässig anteilig der Hydrierung zugeschlagen werden. Der Preis für das 170er Benzin bezieht sich also auf C₄-freies Benzin¹⁾.

Bezüglich des DHD-Redestillations-Rückstandes ist zu bemerken, dass dieser in DHD-Schätzungen nicht gutgeschrieben wird, und daher, obwohl er der A-Destillation zugegeben und in der Gasphase wieder verarbeitet wird, in der Hydrierung nicht als Lastschrift erscheint. In beiliegender Vergleichs-Schätzung ist seine Mitverarbeitung berücksichtigt.

^{in der Kostenschätzung}
Die blauen Zahlen bedeuten den Preis für 170er Benzin, wenn der DHD-Rückstand wertmässig als Rohstofflastschrift zum Preise von a-Bi+Mi erscheint. Der Rückstand wäre dann in ^{einer} Schätzung der DHD-Stufe gutzuschreiben.

1) aber ohne Berücksichtigung der Kosten der Stabilisierung!
Siehe das vorher Gesagte.

49485

686

Ku

28.10.1941. Voh. 4

Energietabelle:

S-B1 + H1 (8% -135°/325°)
 auf Autobenzin -135°, G₄-freies B1 -170°
 und I-Benzin -155°.

Kapazität: 250 000 Liter Autobenzin.

	HD <i>High pres.</i>	HD <i>Low pres.</i>	Gas	Was- sere	H.- SPG.	H.- SPG.	Wass- Verbrauch
B1 -135°:					<i>High volt.</i>	<i>Low volt.</i>	
Vorhydrierung	0,53	2,72	6200	834	1638	258	26
Benzinierung	1,3	4,91	14690	1469	2763	478	26
Entbenzinierung + Treibgas	1,53	0,50	-	153	570	-	8
B1-Stabilisierung	5,03	0,89	-	268	-	63	3
B1-Wäsche	-	0,6	-	9	-	24	2
Zwischentanks	-	3,9	-	-	-	438	-
Vork'tanklager Hygas-Gasometer Bürste, Leber etc.	0,95	6,25	312	222	32	252	10
Σ	9,36	19,77	21202	2955	5001	1513	75
<i>incl. 9HD residue</i>	0,3	0,63	678	94	160	49	
B1 -170° (einschl. DHD-Rü)							
Vorhydrierung	0,55	2,82	6400	865	1700	267	26
Benzinierung	1,57	5,92	17700	1770	3340	578	26
Entbenzinierung	2,20	0,72	-	216	815	-	10
Tanklager etc.	-	8,4	300	210	30	675	10
Σ	4,32	17,86	24400	3061	5885	1520	72
Σ	0,14	0,59	820	100	192	50	
B1 -150°:							
Vorhydrierung	0,53	2,72	6200	834	1638	258	26
Benzinierung	1,57	5,92	17200	1750	3340	570	26
Entbenzinierung	3,3	1,07	-	330	1200	-	12
B1-Stabilisierung und Wäsche	5,03	1,49	-	277	-	87	5
Tanklager etc.	-	7,75	276	194	28	620	10
Σ	10,43	18,95	23476	3385	6206	1533	79
Σ	0,37	0,67	835	111	203	55	

27.10.1941. wch. 4

Costs estimated
Kostenabschätzung
for motor gasoline C₁-free
 auf Autobenzin -185°, C₁-freies
at gasoline
 B1 -170° und L-Benzin -150°. (Pölitex *costs*)

Preise
costs estimated
 (S-BI+MI-Preis geschätzt).

Ohne Treibgasgewinnung.

incl. stabil. + scrubbing
including washing of
at RHD

	B1 -185°	B1 -170° (ohne Stabilis. Waschs) einschl. Verz. v. DHD-AM	B1 -150°
	M/to B1	M/to B1	M/to B1
Raw material <i>M/to gasol.</i>			
Rohmaterial:			
1,09 t S-BI+MI à 225.- M.	245.-	1,112 t <i>0,039 t à 225.- (cost) 8,77</i>	1,21 t
602m ³ Wasserst. "5,45 Pf.	45,70	886m ³ H ₂	999 m ³ H ₂
345m ³ Hygas-Gutgas		48,30	54,10
0,898 Pf.	4,17	480m ³ Hygas	500 m ³ Hygas
66 kg Treibgas à 15 Pf.	4,00	121 kg Treibgas à 15 Pf.	175 kg Tr'gas
		18,10	46,50
Oil. + Chemicals	276,53		256,60
Kat. + Chemikalien:			
0,17 Ltr. SO ₂ à 12,50	2,12	0,181 Ltr. li	0,188 Ltr. li
0,117 " 6434 " 4,15	0,49	0,143 "	0,143 "
9 kg NaOH à 15 Pf.	0,75	9 kg NaOH	9 kg NaOH
	3,36		3,69
Energien:			
0,3 t H-Dpf. à 3.- <i>high pressure steam</i>	0,90	0,141 t	0,37 t
0,638 H-Dpf. à 2,60 <i>low pr. steam</i>	1,64	0,59 t	0,67 t
678 m ³ Heisgas à 0,658 <i>heating gas</i>	4,47	820 m ³	859 m ³
94 m ³ Wasser à 1 Pf.	0,94	100 m ³	112 m ³
209 KW Strom à 2 Pf.	4,18	242 KW	258 KW
<i>electric power</i>	12,15		13,18
Löhne: <i>wages</i>			
75 H/Sch. = 2,65 A'std. <i>man/shift</i>	2,25	72 H/Sch. = 2,6	79 H/Sch. = 3,1
Zuschlag 78%	1,76		
Sch. einschl. Zuschl. 24%	0,96		
Betr' mat. 20% v. Lohn <i>of wages</i>	0,45		
	5,42		6,36
Reparaturen: <i>Repairs</i>			
6,5% v. 20,65 Mill.	5,58	21,63 Mill.	23,6 Mill.
2% von 5,17 Mill.	0,41	5842 Mill.	5,9 Mill.
	5,79		6,78
Amortisation + Steuern:			
9% v. 25,82 Mill.	9,52	27,05 Mill.	29,5 Mill.
2% v. " " P. + St.	2,07		
	11,59		11,71
Generalia: <i>of product.</i>	514,82		542,88
2,5% v. Gest'k.	7,87	2,5%	8,58
Yerbindung: <i>of product.</i>	7,14	31,1 Mill.	34,0 Mill.
6% v. 29,75 Mill.	7,14		9,02
Lizenzen: <i>Licenses</i>	7,50		7,51
	22,51		29,11
M/to B1	337,13	340,64	357,98

Bilanz - abh. To. 9
M. o.

20.9.1941. Wch. 4

Bilanz

s-Bi + Mi (8% -175/325°)
auf Autobenzin -185°, C₄-Froies Bi -170°
und I-Benzin -155°.

7-440

-185°	-170°	-155°
1000 kg s-Bi+Mi 86% 118 H disp. 26 kg C verg. m C 2,4 959 kg Abstr. 4 kg Dest'verl. 366 kg Bi 85,5/16,5 590 kg Mi 87,5/14 <u>298 kg b-Mi</u> 888 kg 41 kg C verg. m C 3,4 857 kg Abstr. 5 kg Dest'verl. <u>554 kg Bi 85/17,0</u> 920 kg Ges.Bi	1000 kg s-Bi+Mi +34 kg 86% 11 H disp. 26 kg m C 2,4 995 kg Abstr. 4 kg Dest'verl. 318 kg Bi 85,5/16,7 667 kg Mi 87,5/14 <u>470 kg b-Mi</u> 1070 kg 50 kg C verg. m C 3,4 995 kg Abstr. 5 kg Dest'verl. <u>594 kg Bi 85/17,2</u> 912 kg Ges.Bi -46 kg Butan 867 kg	860 kg s-Bi+Mi 86% C 11 H disp. 26 kg C verg. m C 2,4 958 kg Abstr. 4 kg Dest'verl. 261 kg Bi 85/17 696 kg Mi 87,5/14 <u>378 kg b-Mi</u> 1071 kg 122 kg C verg. m C 3,7 949 kg Abstr. 5 kg Dest'verl. <u>567 kg Bi 85/17,3</u> 828 kg Ges.Bi
<u>H₂-Verbrauch:</u>	<u>H₂-Verbrauch:</u>	<u>H₂-Verbrauch:</u>
chem. 443 210 sol. 20 33 Verl. 20 10 <u>483 253</u> 255 <u>738 m³/t s-Bi+Mi</u> 802 "/t Autoba	436 246 20 37 20 10 <u>476 293</u> 293 <u>769 m³/t s-Bi+Mi</u> 886 "/t Benzin	428 306 20 33 20 12 <u>468 356</u> 356 <u>824 m³/t s-Bi+Mi</u> 993 "/t I-Benzin
<u>Hydaz-Anfall:</u>	<u>Hydaz-Anfall:</u>	<u>Hydaz-Anfall:</u>
26 kg à 13860 = 360000 41 kg " 13380 = 548000 59 m ³ " 2360 = 139000 <u>1 038000</u>	37 kg à 13200 = 488000 26 " " 13860 = 360000 50 " " 13300 = 665000 57 m ³ " 2360 = 135000 <u>1 648000</u>	26 kg à 13860 = 360000 122 " " 13300 = 1 620000 58 " " 2360 = 137000 <u>2 117000</u>
95% 0,985 · 106 WE/t s-Bi+Mi je to Bi = 1,67 · 10 ⁶	95% 1,57 · 106 WE/t s-Bi+Mi je to Bi = 1,81 · 10 ⁶	95% 2,01 · 106 WE/t s-Bi+Mi je to Bi = 2,43 · 10 ⁶

22.10.1941, Feb. 4

Verarbeitungsgänge:

s-gut m.o. **s-Bi+Hi (8% -135°/325°)** auf Autodensin -135°; **C₄-freies Bi a.L-Bi -155°**

Kapazität 250 000 jato Autobi, entspr. 34,0 stute s-Bi+Hi

T-440

	-135°	-170° (a.DHD)	-150°
<u>Verhydrisierung:</u>			
Einspr'pumpen	34,0 stute	35,2 stute (einschl. DHD-RH)	34,0 stute
Wasserpumpen	3,4 "	3,5 stute	3,4 "
Gasumlauf	136 000 m ³	140 000 m ³	136 000 m ³
Durchsatz	0,8	0,8	0,8
Kat. Vol.	42,5 m ³	44 m ³	42,5 m ³
Ofensystem	5,2 Ofen	5,35 Ofen	5,2 Ofen
Kammern	2(oo)	2(oo)	2(oo)
Abstr-Destill.	32,6 stute	33,8 stute	32,6 stute
Abg.d.Kol.	12,45 "	11,2 "	8,63 "
<u>Densifizierung:</u>			
Einspritzpumpen	30,2 stute	36,42 stute	36,4 stute
Wasserpumpen	3,0 "	3,6 "	3,6 "
Gasumlauf	60 400 m ³	72 800 m ³	72 800 m ³
Leistung	0,6	0,6	0,45
Kat-Vol.	31,4 m ³	34,8 m ³	42,8 m ³
Ofensysteme	3,8 Ofen	4,25 Ofen	5,2 Ofen
Kammern	2(oo)	1(oo)+1(oo)	2(oo)
Abstr-Destill.	29,2 stute	35,0 stute	32,24 stute
Abg.d.Kol.	18,65 "	20,9 "	19,3 "
Treibgasgewinnung	2,06 "	3,7 "	4,9 "
Endbenzinzierung	1,6 stute (5%)	1,8 stute (5,6%)	2,8 stute (10)
Bi-Stabilisierung	31,3 "	32,1 "	28,2 "
Bi-Wäsche	31,3 "	30,6 "	28,2 "
<u>H₂-Verbrauch:</u>	25 100 m ³ /h	27 100 m ³ /h	28 000 m ³ /h
<u>Hygas-Anfall:</u>	33,5 · 10 ⁶ WE/h	53,4 · 10 ⁶ WE/h	68,5 · 10 ⁶ WE/h

= 90 / 22.10.1941. Wch.

Estimated installation costs
Anlagenschätzung

T-440

B-B1 + M1 (8% -155°/325°)

to motor gasline auf Autobenzin -155°; *Av-free gas* C4 freies B1 -170°
und L-B1 -155°.

Kapazität: 250 000 jato Autobenzin

	-155°	-170°	-155°
	<u>Mill. Mk.</u>	<u>Mill. Mk.</u>	<u>Mill. Mk.</u>
Einspr'pumpen und Gasumlaufpumpen	2,9	3,0	3,0
Benzinsammelraum	9,8	10,3	10,8
Tanklager f. leichte Öle	1,7	1,7	1,7
Destillation	1,7	1,75	1,8
Stabilisation u. Wäsche	0,5 0,18	(0,53) (0,17)	0,55 0,16
Entbensinierung + Freigas + Abfüllstation	1,7	2,7	3,45
HD u. ED-Leitungen	1,32	1,38	1,34
Verkaufstanklager und Abfüllstation	0,7	0,7	0,65
Abpressgrube, Schmutzschanlage, Leitungen	0,15	0,15	0,15
	19,23 1,41 <u>20,65</u>	20,00 1,17 <u>19,23</u> 1,12 <u>21,69</u> (22,4)	20,65 1,15 <u>19,65</u> <u>0,95</u> <u>20,60</u>

x) mit dem zum B1-phase gehörigen Anteil gerechnet.

UNITED STATES
DEPARTMENT OF THE INTERIOR
BUREAU OF MINES
OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUEL
LOUISIANA, MISSOURI

From Dr. H. Flenk's files

1 - 440

W. R. Sternberg
January 23, 1948

High Pressure Experiments
Ludwigshafen, 558

10-26-1941, Pohn

COMPARATIVE COST ESTIMATES OF MOTOR GASOLINE, L. GASOLINE
(AVIATION GASOLINE) AND -170°C GASOLINE OBTAINED AS STARTED
GASOLINE FOR 1941.

Capacity 25,000 bc/year of motor gasoline.

The price of the starting material for the DED step can only be estimated under certain assumptions to bring it in line with the costs of motor and aviation gasoline. The reason for this is, that the DED step is not simply part of hydrogenation, but is started in between stabilization and scrubbing, since only the high power fuel is stabilized and washed (after the addition of light gasoline). The stabilization and scrubbing appear therefore in the cost evaluation of the DED as components of the DED stage. Stabilization in this case is limited, however, only to the removal of propane and butane from the DED stage, but the hydrogenation gases do not play any important role in costs. On the other hand, the cost of production of light ends and high BTU gases (power gas), which is done in one installation for the hydrogenation and the DED off-gases, were considered hydrogenation costs because of their considerable magnitude as well as for reasons of installation and expense. The price of the -170°C gasoline refers to the C_5 "white gasoline".

It must be mentioned with reference to the stabilization reaction of DED, that it is not counted in the cost estimate of DED, and does not therefore appear as a debit in the hydrogenation. Its working up is taken into consideration in the comparative cost evaluation.

without however, the costs of stabilization. See above.

9/a

The figures in the left part of the -170°C gasoline cut column of the cost evaluation are the costs of the -170°C gasoline, when the DED residue is debited to the raw material total in the price of the gasoline + middle oil. In this case the residue should be credited in an evaluation of the DED stage.

9/6

COST ESTIMATES
FOR MOTOR GASOLINE -185°, C₂-FREE GASOLINE -170° and AVIATION GASOLINE -150° (POLINZ COSTS) (GASOLINE + MIDDLE OIL - COSTS ESTIMATED) WITHOUT POWER GAS PRODUCTION

GASOLINE -185°		GASOLINE -170° (EXCLUDING STABILIZATION AND SCRUBBING RESIDUES INCLUDING WORKING UP OF DHD)		GASOLINE -150°	
M/te Gasoline		M/te gasoline		M/te gasoline	
Raw Materials:		0.039 te @ 225.- (costs of -170 gasoline)			
1.09 te s-ga+m.o. @ 225.- M	245.-	1.112 te	6.77	1.21 te	272.-
802 m ³ H ₂ @ 5.45 Pf.	43.70	886 m ³ H ₂	250.20	993 m ³ H ₂	54.10
345 m ³ Hygas credit		480 m ³ Hygas	48.30	500 m ³ Hygas	-3.30
0.658 Pf.	-2.27		-3.76		
66 kg power gas credit at 15 Pf	-9.90	121 kg power gas @ 15 Pf	-18.20	175 kg power gas	-26.20
	276.53		277.14		296.60
Catalysts+ Chemicals					
0.17 li 5058 @ 12.50	2.12	0.181 li.	2.26	0.188 li.	2.35
0.117 li 643A @ 4.15	0.49	0.143 li.	0.60	0.143 "	0.59
5 kg NaOH @ 15 Pf	0.75	5 kg NaOH	0.75	5 kg NaOH	0.75
	3.36		3.61		3.69
Power:					
0.3 te high pressure steam @ 3.-	0.90	0.141 te	0.42	0.37 te	1.11
0.63 te low pressure steam @ 2.60	1.64	0.59 te	1.53	0.67 te	1.74
678 m ³ fuel gas @ 0.658	4.47	820 m ³	5.40	835 m ³	5.50
54 m ³ water @ 1 Pf.	0.94	100 m ³	1.-	111 m ³	1.11
209 kw electric power @ 2 Pf	4.18	242 kw	4.83	258 kw	5.15
	12.13		13.18		14.61
Wages:		72 men/shift = 2.6		79 men/shift = 3.1	
75 men/shift = 2.65 men/hr @ 0.83	2.25		2.21		2.64
additions 78%	1.76		1.72		2.06
salaries and extras 1.24%	0.98		0.94		1.13
operation material 20% of wages	0.45		0.44		0.53
	5.42		5.31		6.36
Repairs		21.63 mill.		23.6 mill.	
6.5% of 20.65 mill.	5.38	5.42 mill.	5.75	5.9 mill.	6.78
2% of 5.17 mill.	0.41		0.44		0.52
	5.79		6.19		7.30
Amortization and Taxes:		27.05 mill.		29.5 mill.	
9% of 25.82 mill.	9.32	"	9.95	"	11.71
2% of 25.82 mill. taxes	2.07		2.21		2.61
	11.39		12.16		14.32
	314.62		317.59		342.88
General Expense: 2.5% of production costs		2.5%		34.0 mill.	
	7.87	31.1 mill.	7.93		9.02
Interests: 6% of 29.75 mill.					
	7.14		7.62		7.50
Depreciation:					
	7.50		7.50		7.50
	22.51		23.05		25.10
M/te gasoline	337.13		340.64		367.98
			349.65		

sga. used as an abbreviation for gasoline

-4-
POWER TABLE

T-440

S-GASOLINE + MIDDLE OIL (8% -135°/325°) FOR MOTOR GASOLINE -185°, C. - FREE
GASOLINE -170° and AVIATION GASOLINE -155°. CAPACITY: 250,000 TE/YR MOTOR
GASOLINE.

	High pressure rate	Low pressure rate	Gas	Water	High volt	Low volt	Man/ shift
<u>Gasoline -185°</u>							
Prehydrogenation	0.53	2.72	6,200	834	1,633	258	26
Benzination	1.3	4.91	14,690	1,409	2,763	478	26
Gasoline removal + power gas	1.53	0.50	-	153	570	-	3
Gasoline stabilization	5.05	0.89	-	263	-	63	3
Gasoline scrubbing	-	0.6	-	9	-	24	2
Intermediate tankage Commercial tank farm)	-	3.9	-	-	-	438	
Hy-gas Offices, laboratories)	0.95	6.25	312	222	32	252	10
	9.36	19.77	21,502	2,955	5,001	1,513	75
:31.3	0.3	0.63	678	94	160	49	
<u>Gasoline -170° (including DHD residue)</u>							
Prehydrogenation	0.55	2.22	6,400	365	1,705	267	26
Benzination	1.57	5.92	17,750	1,770	3,340	573	26
Gasoline removal	2.20	0.72	-	216	815	-	10
Tank farm etc.	-	3.4	300	210	30	675	10
	4.32	17.86	24,400	3,061	5,885	1,520	72
:30.6	0.17	0.59	820	100	192	50	
<u>Gasoline -150°</u>							
Prehydrogenation	0.53	2.72	6,200	834	1,638	270	26
Benzination	1.57	5.92	17,200	1,750	3,340	570	26
Gasoline removal	3.3	1.07	-	320	1,200	-	12
Gasoline stabilization and scrubbing	5.05	1.49	-	277	-	87	5
Tank farm etc.	-	7.75	270	194	23	620	10
	10.45	18.95	23,470	3,385	6,200	1,535	79
:28.2	0.37	0.67	835	111	203	55	

91d

-5-
BATESMUSE

e - GASOLINE MIDDLE OIL (3% - 135/3250) INTO MOTOR GASOLINE -185°, D₂ - 55% GASOLINE -170° AVIATION GASOLINE -155°

-185°	Costs of -170° Gasoline Cut	-170°	-155°
1,000 kg s-ga. + m.o. 36%, 11% H available 26 kg C gasified carbon number 2.4 959 kg catchpot bottoms 4 kg dist. losses 366 kg ga. 85.5/16.5 590 kg m.o. 87.5/14 298 kg b-m.o. 888 kg 41 kg C gasified carbon number 3.4 857 kg catchpot bottoms 5 kg dist. losses 554 kg ga. 85/17.0 920 kg total ga.	+ 34 kg 27 995 329 661 410 1,071 52 1,030 615 944 46 898	1,000 kg s-ga. + m.o. 36%, 11 H available 26 kg carbon number 2.4 961 kg catchpot bottoms 4 kg dist. loss 318 kg ga. 85.5/16.7 639 kg m.o. 87.5/14 326 kg b-m.o. 1,030 kg 50 kg C gasified carbon number 3.4 995 kg catchpot bottoms 5 kg dist. loss 554 kg ga. 85/17.2 912 kg total ga. 45 kg butane 867 kg	860 kg s-ga. + m.o. 36% C, 11 H available 26 kg C gasified, carbon number 2.4 958 kg catchpot bottoms 4 kg dist loss 261 kg ga. 85/17 696 kg m.o. 87.5/14 278 kg b-m.o. 1,071 kg 122 kg C gasified carbon number 3.7 949 kg catchpot bottoms 5 kg dist. loss 557 kg ga. 85/17.3 828 kg total ga.
<u>H₂ Consumption</u>		<u>H₂ Consumption</u>	<u>H₂ Consumption</u>
chemical 443 210 dissolved 20 35 loss 20 10 483 255 255 738 m ³ /te s-ga. + m.o. 802 " " motor gasoline		436 246 20 37 20 10 476 293 293 767 m ³ /te s-ga. + m.o. 856 " " gasoline	428 306 20 38 20 12 468 356 356 824 m ³ /te s-ga. + m.o. 993 " " aviation gasoline
<u>H₂-gas Formed</u>		<u>H₂-gas Formed</u>	<u>H₂-gas Formed</u>
26 kg @ 13,860 = 360,000 41 kg @ 13,300 = 544,000 55 m ³ @ 2,360 = 130,000 1,034,000		37 kg @ 13,200 = 488,000 26 kg @ 13,860 = 360,000 50 kg @ 13,300 = 665,000 57 m ³ @ 2,360 = 135,000 1,648,000	26 kg @ 13,860 = 360,000 122 kg @ 13,300 = 1,620,000 58 kg @ 2,360 = 137,000 2,117,000
1.07 x 10 ⁶ n.u./te 1.07 x 10 ⁶ n.u.		958 1.07 x 10 ⁶ n.u./te s-ga. + m.o. per to ga. = 1.31 x 10 ⁶	958 2.01 x 10 ⁶ n.u./te s-ga. + m.o. per to ga. = 2.12 x 10 ⁶

OPERATIONS

7-10

a-GASOLINE MIDDLE OIL (8% -135°/325°) MOTOR GASOLINE -135°; 6% FREE GASOLINE AND AVIATION GASOLINE -135°; CAPACITY: 250,000 bt/ann. MOTOR GASOLINE OR 24.0 BT/HR a-GASOLINE + MIDDLE OIL

	-135°	-170° (DM)	-150°
Prehydrogenation:			
Injection pumps	31.7 to/hr	35.2 to/hr (including BTB res.)	34.0 to/hr
Water pumps	3.4 "	3.5 "	3.4 "
Gas circulation	136,000 m ³	140,000 m ³	136,000 m ³
Throughput	0.8	0.8	0.8
Catalysts volume	42.5 m ³	44 m ³	42.5 m ³
Converter system	5.2 converters	5.35 converters	5.2 converters
Stalls	2	2	2
Catchpot distillation	32.6 to/hr	33.8 to/hr	32.6 to/hr
Off-gas of column	12.45 "	11.2 "	8.85 "
Gasification:			
Injection pumps	30.2 to/hr	36.2 to/hr	36.4 to/hr
Water pumps	3.0 "	3.6 "	3.6 "
Gas circulation	60,000 m ³	72,800 m ³	72,800 m ³
Space-time yield	0.6	0.6	0.45
Catalyst volume	21.4 m ³	34.8 m ³	42.8 m ³
Converter system	3.8 converters	4.25 converters	5.2 converters
Stalls	2	1+1	2
Catchpot distillation	29.2 to/hr	35.0 to/hr	32.24 to/hr
Off-gas of column	18.85 "	20.9 "	19.3 "
L.P.G.	2.06 "	3.7 "	4.9 "
Gasoline removal	1.6 to/hr (5%)	1.8 to/hr (5.6%)	2.8 to/hr (10)
Gasoline stabilization	21.3 "	22.1 "	23.2 "
Gasoline scrubbing	24.3 "	26.6 "	28.2 "
H₂ - Consumption	25,100 m ³ /hr	27,200 m ³ /hr	25,000 m ³ /hr
Hydrogen formed	33.5 x 10 ⁶ h.u./hr	55.4 x 10 ⁶ h.u./hr	48.3 x 10 ⁶ h.u./hr

91f

ESTIMATED INSTALLATION COSTS

Gasoline + Middle Oil (85 -155°/325°) TO MOTOR GASOLINE -185°; 0% FREE GASOLINE -170° AND AVIATION GASOLINE -155°. CAPACITY: 250,000 TB/ANN MOTOR GASOLINE

	-185°	-170°	-155°
	Mill. Dk.	Mill. Dk.	Mill. Dk.
Injection pumps and gas circulation pumps)	2.9	3.0	3.0
Vapor phase still	9.8	10.3	10.5
Tank farm for light oils	1.7	1.7	1.7
Distillation	1.7	1.7	1.8
Stabilization and scrubbing	0.5	(0.55)	0.55
Gasoline removal + LPH + distribution	0.18	(0.17)	0.16
High and Low pressure steam lines	1.7	2.7	3.45
Tank farm for finished products *) and filling station	1.32	1.38	1.34
Filter press pit, foam fire extinguisher, piping	0.7	0.7	0.65
	0.15	0.15	0.15
	20.45	21.68 (22.4)	23.60

*) Calculated together with the installation of the gasoline phase.

9/9

Abschrift. Voh.

Dr. v. H. / Lc.

Leuna works, Gen 18. Sept. 1941.
Leuna Works, Sept. 18, 1941

Aktennotiz.

Gestehkosten von DHD - Benzina.

Production Costs of DHD Gasoline.

	Amount/te	Costs RM	
	Menge je to	Preis RM	RM/t DHD-B
	DHD - B1 je	Einheit	
	DHD gasolin/	unit amount	
Einsatz: Input			
Catchpor fraction, to 165° C/te			
Abstreiferfraktion bis 165° to	1,26	350.--	441.--
Credit			
Gutschrift:			
Power gas (C ₃ + C ₄) te			
a) Treibgas (C ₃ +C ₄) to	0,0709	225,61 ^{*)}	15,94
Return gas			
b) Rückgas H	1901,9	0,00705	13,40
Distillation residue			
c) Destillationsrückstand to	0,0306	167,86	5,14
Catalyst:			
Kontakt: to	0,000731	6000.--	4,39
Partial total			
Zwischensumme:			410,91
Spesen Expenses			41,21
General expense, 11% of total expense			
Generalis: 11,11% auf Spesen			4,58
Production costs			
Gestehkosten:			456,70

+)
Das Treibgas wurde zum Erlös abzüglich Trennkosten gutgeschrieben, da auch bei der Bewertung des Einsatzproduktes vom Erlös ausgegangen wurde.

+). The power gas was credited to the proceeds after deducting the costs of separation, because the evaluation of the proceeds was also based on the proceeds.

/s/ gez. Huhn

• Schunck

Verteiler: AWP 2x

992

Dr. v. H. / Ko.

Jannawerke, den 17. September 1941.

Speisen je 10 DHD-Benjamin.

	Vor- gestill- tion	DHD- Betrieb	Redest- Inktion	Wäsche	Stabil- störung	Post-Zw- Bank	Benzin- prüfung	Gasbe- trieb	Gesamt
Gehälter <i>Beauftragter</i>	0,08	0,21	0,05	0,02	0,06	0,01	0,01 ⁴	0,08	0,58
Küche <i>W. v. H.</i>	0,20	1,25	0,15	0,03	0,15	0,04	-	0,07	1,92
Immatrikulation <i>Beauftragter</i>	0,60	11,91	1,18	0,09	0,55	0,19	0,00 ²	0,92	15,24
Reparaturen <i>W. v. H.</i>	0,69	5,76	0,59	0,14	0,21	0,19	0,11 ⁹	0,34	7,98
Betriebsmaterial <i>W. v. H.</i>	0,01	0,15	0,01	0,18 ¹⁾	0,00	0,00	0,00 ³	0,00	0,56
Stempelkosten <i>W. v. H.</i>	0,00	-	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00 ³	0,00	0,00
Wahl- u. Laborkosten <i>W. v. H.</i>	0,11	0,61	0,09	0,04	0,01	0,01	0,00 ⁵	0,05	0,99
Reifen- u. Öl- u. alle <i>W. v. H.</i>	0,15	1,23	0,12	0,04	0,03	0,02	0,00 ⁵	0,04	1,66
Unkosten <i>W. v. H.</i>	0,15	2,06	0,20	0,05	0,11	0,05	0,00 ⁵	0,12	3,54
Einlagen u. Steuern <i>W. v. H.</i>	0,75	7,04	0,48	0,07	0,25	0,04	0,00 ⁸	0,21	8,45
Amerikaner <i>W. v. H.</i>	-	-	-	-	-	0,00	-	0,00	0,00
Restruktionen <i>W. v. H.</i>	-	-	-	-	-	0,00	-	0,00	0,00
Kriegsgeld befreit <i>W. v. H.</i>	-	-	-	0,00	0,00	0,00	0,00 ²	0,01	0,01
Arbeitslohn <i>W. v. H.</i>	0,09	0,23	0,07	0,18	0,00	0,00	0,00 ²	0,00	0,60
Verordn. Spesenbes- <i>W. v. H.</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Verordn. Spesenbes- <i>W. v. H.</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Verordn. Spesenbes- <i>W. v. H.</i>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Gesamt	2,40	51,73	2,89	0,89	1,22	1,26	0,14 ³	1,79	41,21
Direktoren je 10	1,26	1,02	0,97	1,17	1,17	1,26	1,00	0,17	

1) einsochl. Stuhl
2) einsochl. Stuhl-Abreger u. Synchronisierungs- u. S. v.

3) Amortisationsdauer: 10 Jahre
4) einsochl. Feuerchutzkosten

UNITED STATES
DEPARTMENT OF THE INTERIOR
BUREAU OF MINES
OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUEL
LOUISIANA, MISSOURI

From Dr. H. Pier's Files

E - 441

Leuna Works,
Sept. 18, 1941

W. M. Sternberg
January 26, 1948

PRODUCTION COSTS OF DED GASOLINE

	Amount/te DED gasoline	Costs, RM /unit amount	RM/te DED gasoline
Input:			
Catchpot fraction, to 165°C/te	1.26	350.--	441.--
Credit:			
a) Power gas (C ₂ + C ₃) te	0.0709	225.61 *	15.94
b) Return gas m ³	1901.9	0.00705	13.40
c) Distillation residue te	0.0306	167.86	5.14
Catalyst: te	0.000751	6000.--	4.39
Partial total:			470.91
Expenses:			
General expense, 11% of total expense			41.21
			4.58
Production costs:			456.70

* The power gas was credited to the proceeds after deducting the costs of separation, because the evaluation of the proceeds was also based on the proceeds.

/s/ gen. Kuhn
gen. Schunch

0.93 a

Louisa Works
September 17, 1941

EXPENSES/TE DHD GASOLINE

	Prelim. Distillation	DHD Operating	Re-distillation	Scrubbing	Stabilization	Interm. Distillation	Gasoline Recovery	Light Ends	Total
Containers	0.08	9.31	0.06	0.02	0.04	0.01			
Power	0.23	1.23	0.15	0.02	0.15	0.02			
Power	0.60	11.91	1.19	0.09	0.25	0.12			
Repairs	0.69	5.26	0.53	0.17	0.23	0.19			
Operating material	0.01	0.15	0.01	0.02	0.04	0.02			
Transportation costs	0.00		0.03	0.02	0.01	0.01			
Office and Laboratory	0.11	0.01	0.02	0.04	0.01	0.01			
Salaries and general costs	0.13	1.03	0.12	0.04	0.01	0.01			
Interest on bonds	0.10	2.86	0.03	0.05	0.11	0.01			
Amortization	0.05	7.01	0.15	0.07	0.05	0.01			
Other Depreciation									
Additional Amortization costs				0.00	0.00				
Various Bond Transfers 2)	0.00	0.00	0.00	0.11					
Total	2.40	27.92	2.07	0.34	0.21	0.17			
Specific H.E. Gasoline	0.24	2.42	0.07	0.07					

1) Including 1.00

2) Including 1.00 for water, phenol recovery, etc.

3) Amortization costs

4) Including 1.00 for water, etc.

Vergleich von Anlagekosten, Eisenbedarf und Qualitäten
der Endprodukte aus Kohle und Teeren.

1) Steinkohlehydrirung

a) Fliegerbenzin.

Anlagekosten und Materialbedarf sind aus der Projektierung der im Bau befindlichen Hydrieranlage Blechhammer für oberschlesische Kohle bekannt

Produktion	180 000 jato Fliegerbenzin
Eisenbedarf	190 - 200 000 to
Kapitalbedarf	200 - 300 Mill. Mark
Qualität	Steinkohlen-Fliegerbenzin- Qualität wie VT 705

b) Fliegerbenzin und Heizöl.

Anlagekosten und Materialbedarf sind gleichfalls aus der Projektierung der im Bau befindlichen Hydrieranlage und Schwelerei Blechhammer für oberschlesische Kohle bekannt.

Produktion	220 000 jato Fliegerbenzin	
	260 000 " Heizöl	
	50 000 " Schwelheizöl	
Eisenbedarf	310 000 to 1)	
Kapitalbedarf	443 Mill. Mark 1)	
Qualität	Heizöl	Fliegerbenzin
	d/20 1,079	nahezu wie
	Visk. 19,1°E/50°E	VT 705
	Xylolunlös. 0,01%	
	Kokstest 1,3	
	Flammpunkt n./P.M. 180°	
	unterer Heizwert/Ltr. 9900	

1) einschl. Steinkohlenschwelerei.

19.11.41

094

2) Steinkohlenschwelung.

a) Aufarbeitung durch Destillation auf Heizöl.

Genauere durchgearbeitete Unterlagen liegen für die in Bau befindliche Schwelanlage Blechhammer vor: System Lurgi Spülgasverfahren. Hinsichtlich Kosten und Eisenbedarf stimmen diese Angaben mit dem inzwischen neu durchgearbeiteten Projekt Auschwitz überein, wenn man die verschiedenen

Anlage	Blechhammer	Auschwitz
Produktion Teer (einschl. Bi)	104 000 tajo	77 000 tajo
Kapitalbedarf	26 Mill. Mk. einschl. Kohlebunkerung Lagerung u. Förderung jedoch ohne Energieer- zeugung, Energiever- teilung und Nebenanlagen	21,3 Mill. Mk. einschl. Energieer- zeugung und Ver- teilung und Neben- anlagen
Eisenbedarf	20 000 to	19 200 to

Produktionshöhe berücksichtigt und weiter berücksichtigt, daß in Blechhammer Briketts geschwelt werden, deren Anlagekosten in den obigen Zahlen enthalten sind, während in Auschwitz Steinkohlen direkt geschwelt werden.

Die Teere ergeben bei der destillativen Aufarbeitung folgende Produkte:

	in Blechhammer	in Auschwitz
<u>Heizöl</u>	50 000 tajo	46 000 tajo
<u>HeiBtaer</u>	45 500 "	23 000 "
<u>Benzin</u>	8 500 "	8 000 "

095

Das Heizöl ist von folgender Beschaffenheit:

d ₂₀	1,000
Viskosität	3,70E/200E
Kokstest	2,0 %
Stockpunkt	ca. - 13°
unterer Heizwert/Ltr.	8950

Der HeiSteer läßt sich durch Hydrierung verarbeiten, dafür gelten schätzungsweise folgende Zahlen, wenn eine Anlage in der Größe von 180 000 t Fliegerbenzin-Produktion zu Grunde gelegt wird.

Produktion:	180 000 jato Fliegerbenzin
Ausbeute :	63
Anlagekosten:	155 Mill. Mk.
Eisenbedarf :	130 000 to
Qualität	etwas schlechter als VT 705.

Würde man den HeiSteer in der Hydrierung auf Heizöl fahren, so würde man wegen des hohen Paraffingehaltes ^{im} HeiSteer ein nicht normgerechtes Heizöl erhalten, welches entweder im Stockpunkt oder im spezifischen Gewicht nicht den Anforderungen des OXII entspricht.

b) Aufarbeitung durch Hydrierung.

Hydriert man den gesamten Schwelteer, wobei ein guter Spülgasschwelteer mit ca. 4% Festem

20% Asphalt
30% - 325°

angenommen ist, zu Fliegerbenzin, so beträgt die Ausbeute ca. 66%

Bei einer Produktionshöhe von 180 000 jato Flugbenzin betragen

die Anlagekosten: 145 Mill. Mk.

der Eisenbedarf : 120 000 to.

Die Qualität des dabei erzeugten Fliegerbenzins wird ähnlich wie bei Flugbenzin aus der HeiSteerhydrierung etwas schlechter sein als VT 705.

gez. Hübn
" Oettinger
" Becker

096

UNITED STATES
DEPARTMENT OF THE INTERIOR
BUREAU OF MINES
OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUEL
LOUISIANA, MISSOURI

From Dr. H. Pier's files

T - 442

W. M. Sternberg
January 23, 1948

High Pressure Experiments
Luwigshafen 558

Nov. 15, 1941
Bc/Pf

COMPARISON OF INSTALLATION COSTS, IRON REQUIREMENTS AND
QUALITY OF THE FINISHED PRODUCTS FROM COAL AND TAR

1). Hydrogenation of bituminous coal.

a) Aviation gasoline

The installation costs and requirements in materials are known for the Elechemmer project under construction for the hydrogenation of Upper Silesian coals.

Production	180,000 to/yr of aviation gasoline.
Iron requirements	190 - 200,000 to
Capital investment	200 - 210 mill. Mark
Quality	Bituminous coal aviation gasoline, equal to VE 705

b) Aviation gasoline from fuel oil.

Installation costs and requirements in construction materials are also known from the designs of the hydrogenation installation and low temperature carbonization plant under construction in Elechemmer, for Upper Silesian coal.

Production	220,000 to/yr aviation gasoline 260,000 to/yr fuel oil 50,000 to/yr carbonization fuel oil
Iron requirements	310,000 to *
Capital investment	445 mill. Mark *

* including low temperature carbonization of bituminous coal.

Quality	Fuel oil	Aviation gasoline
d ₂₀	1.079	almost equal to
Visc.	19.9° E/50°E	VT 705
Xylene insolubles	0.01%	
Carbon residue	1.3	
Flash point	180°	
Lower heating value/li	9900	

2). Low Temperature Carbonization of Bituminous Coal.

a) Method of distillation for fuel oil.

There exist some more accurately performed calculations for the L.T.C. plant under construction at Blechhammer: the Lurgi system with gas flushing. The costs and the iron requirements for this plant agree with the data for the Auschwitz project which have been worked out in the near time, bearing in mind the difference in the size of production, as well as the fact that in Blechhammer the low temperature carbonization will be done on briquettes, and the cost of briquetting is included in the figures, while in Auschwitz bituminous coal is to be carbonized directly.

Installation:	Blechhammer	Auschwitz
Production, tar (including gasoline)	104,000 te/yr	77,000 te/yr
Capital requirements	26 mill. Mk including coal storage, bins and conveying, but no power plant, power distribution and auxiliary plants	21.5 mill. Mk including power production, distribution and auxiliary plants.
Iron requirements	20,000 te	19,200 te

The tars on distillation form the following products:

Fuel oil	50,000 te/yr	45,000 te/yr
H.T. Tar (Eoissteer)	45,500 "	25,000 "
Gasoline	8,500 "	8,000 "

The properties of the fuel oil are as follows:

d ₂₀	1.000	
Viscosity	5.8° E/20°E	096 k
Carbon residue	2.0%	
Pour point	abt. -15°	
Lower heat value/li	8,950	

The tar can be hydrogenated, with the following results, if computations are based on an aviation gasoline production of 180,000 te:

Production	180,000 te/ye aviation gasoline
Yield	63
Installation cost	155 mill. Mk.
Iron requirements	130,000 te
Quality	somewhat lower than VT 705

The tar, hydrogenated to fuel oil, would not produce a normal fuel oil because of the high paraffin content, and it would deviate from the OKM specification either in specific weight or in the pour point.

b) Hydrogenation.

If the total flushing gas-low temperature tar of good quality of a composition

4%	solids
20%	asphalt
30%	-325°C

be hydrogenated to aviation gasoline, the yield will amount to about 64%. For a production capacity of 180,000 te/ye of aviation gasoline,

the construction costs will be	145 mill. Mk.
the iron requirements	120,000 te.

The quality of the aviation gasoline produced will be similar as in the hydrogenation of the tar, and somewhat poorer than VT 705.

/s/: Hübner
Oettinger
Becker

13. Januar 1944. Rg/Te.

Gebheim

Reparaturkosten-Verbrauch in Hydrieranlagen.

1.) Unsere Schätzbank nach den Reparaturkosten:

	Anlagekosten RM/Jato	Reparatursatz %	Reparaturkosten Eisenverbrauch RM/Jato	1000 M. Rep. 2500
400 stn Steinkohlenanlagen	1 200.- (L-Benzin)		48.-	12 kg Fe/Jato BI
300 " Braunkohlenanlagen	1 050.-		42.-	" "
Braunkohlenscheiter	540.-		22.-	" "
Wärmanlage	70.- (LHD-Benzin)	10	7.-	1,75 "

Die Mithilfeleistung der Anlagekosten auf Hydrierung, Wasserstoffherzeugung, Energieherzeugung, Nebenanlagen und sonstigen Materialbedarf befindet sich in Anlage 1.

2.) Angaben der Bank über Reparaturkosten:

Rechnung: Kennschreiben 10.1.44: Zuweisung für 1943	16,4 kg/t Benzin	
"	" 12,5 " / t Benzin + Flüssiggas	
19.1.44: Reparaturkosten 1942/43	45 bis 48 c. RM/t VT 705	
11.1.44: Mindestens 1/3, d.h. 15 bis 16 c. RM/t VT 705 entfällt auf Fe-Material.		
" Eisenbedarf: mindestens 20 kg/t VT + LHD + T 52-Benzin (ohne Treibgas)		
9.1.44: Eisenverbrauch 1943	12,5 kg/t flüssiges Produkt	
" " Zuteilung	8,5 "	
10.1.44: Eisenverbrauch 1942	44,7 kg/t flüss. Prod. + Treibgas + SS-01	
" " "	T 52 (ohne LHD)	
10.1.44: Reparaturkosten 1942	58,50 RM für Hydr. + H ₂ + Energie + Treibgas + SS-01 + T 52 (ohne LHD), d.h. 1000 M. Rep. 2500	
" " "	Reparaturkosten = 250 kg Eisen	

10.1.44: Eisenbedarf

10.1.44: Eisenbedarf	10 kg/t flüssiges Produkt
" " "	7,5 kg "
" " "	9,1 "

Die Schätzung des gesamten Reparaturbedarfs der Hydrieranlagen befindet sich in Anlage 2.

Zurück an Vorzimmer Dir. Dr. Pter

T-447

697

T 6

Hochdruckversuche
Lu 1.

15. Januar 1944. v. Rich/He.

Anlage 1.

Anlage- und Reparaturkosten in Hydrieranlagen.

	Anlagekosten pro Jato Ben- zin	Reparatursatz %	Reparaturkosten Km/Jato Benzin
<u>Steinkohle auf L-Bi.</u>			
Eigentl. Hydrierung	422.-	x 0,055	= 27,40
H ₂	172.-	x 0,055	= 11,40
Energie	228.-	x 0,02	= 4,55
Nebenanlagen	222.-	x 0,02	= 4,45
Sonst. Kapitalbedarf	167.-		
	<u>1211.-</u>		<u>47,80</u>
<u>Braunkohle auf L-Bi.</u>			
Eigentl. Hydrierung	390.-	x 0,055	= 25,40
H ₂	144.-	x 0,055	= 9,40
Energie	184.-	x 0,02	= 3,70
Nebenanlagen	195.-	x 0,02	= 3,90
sonst. Kapitalbedarf	136.-		
	<u>1049.-</u>		<u>42,40</u>
<u>Braunk. Teer auf L-Bi.</u>			
Eigentl. Hydrierung	209.-	x 0,055	= 13,60
H ₂	70,50	x 0,055	= 4,60
Energie	30,50	x 0,02	= 1,80
Nebenanlagen	99,00	x 0,02	= 2,00
sonst. Kap. Bedarf	70,50		
	<u>539,50</u>		<u>22,00</u>
<u>MD</u>			
MD	59.-	x 0,1	= 5,90
Energie	17.-	x 0,02	= 0,35
Nebenanlagen	7,50	x 0,02	= 0,15
sonst. Kapitalbedarf	15.-		
	<u>88,50</u>		<u>6,40</u>

Anlage 2.

Eisenbedarf der Hydrierwerke.

Hydrierwerk	Produktion	Anlagekosten ²⁾	eingeb. Eisen ³⁾	jährl. Eisenbedarf ¹⁾
	tate	Mill.M.	1000 to	1000 to
Leuna ⁸⁾	600 000	235	188	5,5 ⁶⁾
Scholven	215 000	157	135	2,0
Gelsenberg	335 000	300	300	4,0 ⁷⁾
Rheinbraun	210 000	180	150	2,0 ⁵⁾
PSlitz	600 000	330	234	3,84
Ehlien	200 000			
Magdeburg	220 000	310	245	3,5
Zeitz	230 000			
Drux ³⁾	500 000	375	408	4,35
Blechhammer	500 000	635	475	3,84
Welheim	150 000	95	75	1,55
Mitkendorf	50 000 ⁴⁾	40	33	0,33
	5 890 000 tate	2637 Mill.M.	2186 000 to	28 720 to

gez. v. Hochstetter

- 1) 0,25 kg Eisen. Errechnet aus Reparatursumme mit 4 % von gesamten Anlagekosten angenommen ist.
- 2) ohne "sonstiger Kapitalbedarf".
- 3) einchl. Schwelerei.
- 4) Sollproduktion.
- 5) Angabe des Werkes 12,5 kg Eisen je tate Fl.Brud. = 2,2.10³ to
- 6) " " " " 12,7 kg Eisen je tate Fl.Brud. = 2,2.10³ to
- 7) " " " " 21,5 kg Eisen je tate Fl.Brud. = 2,2.10³ to.
- 8) Es ist hier, da es sich um eine "letzte, billig gebaute Anlage handelt" mit 3 % Reparaturkosten gerechnet.
- 9) geschlitzte Kohlen.

1-117

UNITED STATES
DEPARTMENT OF THE INTERIOR
BUREAU OF MINES
COAL TO OIL DEMONSTRATION BRANCH
LOUISIANA, MISSOURI

IRON FOR REPAIRS TO ~~IRON~~ FOR FLAMES

May 17, 1943

399 a

January 13, 1944

Kg/te

IRON FOR REPAIRS OF HYDRO PLANTS

Costs of repairs: installation costs Kv/te/ann.	Percent repair costs	Repair costs Kv/te/ann.	Iron consumption kg Fe/te/ann.
1,200.-- (L)	4	48.--	12 kg Fe/te/ann gasoline
3,000 " (gasol.)	"	42.--	10.5 " "
540.0 " (DHD)	"	22.--	5.5 " "
70.-- (gasol.)	10	7.--	1.75 " "

The distribution of the installation costs among hydrogenation, hydrogen production, power production, and other installations and special capital requirements will be found in appendix 1.

The different works on the consumption of iron for repairs:

Date	Costs of repairs	Iron requirements
1/11/44	1942/1943	45 -- 48 kg/te VT 705 19
1/11/44	at least 1/3, i.e. 15--16.7 kg/te iron material. Iron requirements: at least 25 kg/te VT 705 + DHD + T 52 gasoline (LPG not included)	
1/9/44	Iron consumption, 1943	12.5 " " gasoline + LPG
1/10/44	" allotment, 1943	8.5 " "
1/10/44	Iron consumption, 1942	14.7 kg/te liquid product + LPG + SS oil + T 52 (no DHD)
1/10/44	Repair costs, 1942	58.50 kg for hydrogenation + H ₂ + power + LPG + SS oil + T 52 (no DHD), i.e. 1000 RH repair costs = 250 kg Fe
1/10/44	Iron consumption	10 kg/te liquid products
	"	7.3 " "
	"	9.3 " "

The total repair iron requirements are found in appendix 2.

January 13, 1944

Appendix I.

Installation and Repair Costs in Hydrogenation Plants

	Install. costs per to/ann. gasoline	Repairs	Repair costs cents/ann. gal.
<u>Bit. coal to L gasoline</u>			
Hydrogenation proper	422.-	x 0.065 =	27.40
H ₂	172.-	x 0.065 =	11.40
Power	228.-	x 0.02 =	4.55
Aux. inst.	222.-	x 0.02 =	4.45
Add. capital investment	167.-		
	<u>1211.-</u>		<u>47.80</u>
<u>Brown coal to L gasoline</u>			
Hydrogenation proper	390.-	x 0.065 =	25.40
H ₂	177.-	x 0.065 =	9.70
Power	184.-	x 0.02 =	3.70
Aux. inst.	195.-	x 0.02 =	3.90
Add. capital investment	136.-		
	<u>1079.-</u>		<u>42.40</u>
<u>Brown coal tar to L. gasol.</u>			
Hydrogenation proper	209.-	x 0.065 =	13.60
H ₂	70.50	x 0.065 =	4.60
Power	90.50	x 0.02 =	1.80
Aux. inst.	99.-	x 0.02 =	2.-
Add. capital investment	70.00		
	<u>539.00</u>		<u>22.60</u>
<u>DHD</u>			
DHD	59.-	x 0.1 =	5.90
Power	17.-	x 0.02 =	0.35
Aux. inst.	7.55	x 0.02 =	0.15
Add. Capital investment	88.00		
			<u>6.40 = about 7.-</u>

099c

January 10, 1944

Appendix 2.

Iron Requirements in Hydrogenation Works

Works	Production	Installation cost ¹⁾	Iron constr. ⁹⁾	Yearly iron requirements
	ts/ann.	Mill. M.	1000 to	1000 to
Leuna 3)	600 000	235	188	16.35
Schölvon	215 000	167	133	2.9
Gelsenberg	335 000	300	300	4.07
Rheinbrunn	210 000	180	150	2.05
Platts	610 000	350	234	3.84
Böhlen	200 000			
Magdeburg	220 000	310	245	3.5
Zeitz	230 000			
Br ³⁾	600 000	375	408	4.35
Blochhain	500 000	695	430	0.87
Walters	130 000	95	75	1.33
Lütkenhoff	50 000 ⁴⁾	40	33	0.33
	3 990 000 ts/ann.	2687 Mill. M.	2166 000 to	28 720 to

/s/ v. Hochstetter

- 1) 1.- repair costs = 0.25 kg iron. Calculated from the total repair costs assumed as 4% of the installation cost.
- 2) No "additional capital investment".
- 3) Including low temperature carbonization
- 4) Theoretical production
- 5) Data given by the works: 12.5 kg iron/ts liq. prod. = 2.6×10^3 to.
- 6) " " " " " 14.7 " " " " " = 8.8×10^3 "
- 7) " " " " " 21.5 " " " " " = 1.2×10^3 "
- 8) In this case the repair costs are assumed to be 5%, because of the older and more cheaply built plant.
- 9) Estimated values.

099 d

Fabrikbuchhaltung
z.Hdn. v. Herrn Mair.

Zurück an

Vorzimmer Dit. Dr. Pic

P/Lu 558

24.6.1942. Sgt/Pf.

Kosten für das DHD-Benzin aus rumänischem Benzin.

F=455

In der Anlage übermitteln wir Ihnen unsere Kostenaufstellung für das im I. Quartal 1942 hergestellte DHD-Benzin und bitten um Nachprüfung. Wir bitten ferner zu prüfen, ob und wie die mit unseren Verkaufsbilanzen errechneten Amortisations- und Zinsbeträge mit den auf unserem Konto belasteten Beträgen abzustimmen sind.

HOCHDRUCKVERSUCHE

2 Anlagen.

3081

Kosten für DHD-Benzin für die Zeit vom 1.1. - 31.3.42.
(DHD-Anlage Lu/Op)

Einsatz: 7 652 319 kg Rohbenzin

Erzeugung: 5 512 200 kg DHD-Fertigbenzin

		Gesamtkosten	Kosten/t DHD-Benzin
A. Rohmaterial			
Rohbenzin RM. 100.-/t = Einheitspreis	U	765 231.90	138.83
Hilfsstoffe	U	22 800.00	4.14
B. Betriebskosten			
a. Spesen	U	548 379.--	99.48
b. 1/4 Amortisation 20% v. 4,93 Mill.RM.		246 500.--	44.72
1/4 " 7% v. 0,97 " "		16 450.--	2.98
c. Versandkosten	U	11 024.40	2.--
<u>Summe A + B</u>		<u>1 610 385.30</u>	<u>292.15</u>
C. Sonderkosten			
Beitrag zu Erwerbs- und Entwicklungskosten des DHD-Verfahrens		27 561.--	5.--
<u>Summe A - C</u>		<u>1 637 946.30</u>	<u>297.15</u>
D. Verwaltungs- und Betriebsgemeinkosten			
12 1/2 % von A-C	U	204 743.29	37.14
		<u>1 842 689.59</u>	
E. Kalkul. Gewinn			
a. 4 1/2 % Zinsen auf Anlagekapital- Abschreibung RM. 5 637 050.--		63 416.81	11.50
b. 4 1/2 % Zinsen auf Umlaufkapital 2,47 Mill. für 3 Monate		27 787.50	5.04
Unternehmerwagnis			
1,5 % v. Anl.-Kapital-Abschrbg. RM. 5 637 050.--		21 138.94	3.83
1,5 % v. Uml. " 2,47 Mill.		9 262.50	1.68
1,5 % v. Selbstkostenpreis A - D = 1,843 Mill. RM.		27 645.--	6 911.25
2 % Leistungsausschlag von Selbstkost. 36 860.--		9 215.--	1.67
		<u>1 980 421.59</u>	<u>359.26</u>
0,6 % Ausfuhrförderung auf Verkaufspreis U		17 401.--	3.16
<u>Summe A - E</u>		<u>1 997 822.59</u>	<u>362.42</u>
Abzüglich Gutschrift für Hyabgas			
Kostenpreis bei Rohbi-Einheitspreis von 100.-RM/t		<u>1 987 991.59</u>	<u>360.64</u>
Zuschlag für off. Rohbenzinpreis 119.20RM/t U		912 156.42	165.48
<u>Endpreis DHD - Benzin</u>		<u>2 900 148.01</u>	<u>526.12</u>

Abrechnung DHD - Anlage 1.1.42 - 31.3.42.

	RM	RM	RM
	Gutschriften	Belastungen	Gesamt-Betrag
Konto-Abrechnung für das I. Quartal 1942	391 836	923 954	532 118
Umzubuchen auf andere Konten	16 413		515 655
Gutschriften für das 4. Quartal 1941		266 259	
Belastungen für das 4. Quartal 1941	3 626		
Bleibende Belastung für das I. Quartal			778 838
<u>Von den Betriebspesen abzusetzen:</u>			
1.) Hygasgutschrift		9 831	
2.) Sonderabschreibungen	132 852		
3.) Zinsen auf Anlagen	51 433		
Reine Betriebspesen für das I. Quartal			548 379

UNITED STATES
DEPARTMENT OF THE INTERIOR
BUREAU OF MINES
OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUELS
LOUISIANA, MISSOURI

T-455

Mr. Maly
Bookkeeping Department

P/Adviser 558

6/24/42

COST OF DIESEL GASOLINE FROM RUMANIAN GASOLINE

You will find below the accounting for the first quarter, 1942, for the DIESEL gasoline which we request to have checked. We furthermore ask you to inform us how to correlate the amortization and interest calculated from our sales balances with the amounts charged up in our account.

10/25

Cost of MID Gasoline (MID Plant Indraguhar/Opawa)

Input: 7,552,319 kg raw gasoline
 Production: 5,812,500 kg MID gasoline

	Total Cost	Cost/ton MID Gasoline
A. Raw Materials		
Raw Gasoline, 2000/ton - Provisional	785,271.50	135.63
Other Materials	22,500.00	4.14
B. Operating Cost		
a. Expenses	562,372.00	99.48
1/4 amortization, 20% of 4.88 MILLION	240,000.00	44.72
1/4 amortization, 7% of 5.97 MILLION	15,450.00	2.98
b. Salaries Costs	11,031.40	2.00
Total A + B	1,519,855.40	292.15
C. Special Costs		
Contribution to profit and development cost of the MID process	27,551.00	5.00
Total A + B + C	1,547,406.40	297.15
D. Management and joint operating cost	20,147.29	3.72
Total A + B + C + D	1,567,553.69	297.15
E. Calculation of Profit		
a. 10% interest on working capital	1,567,553.69	11.50
b. 2% interest on the operating capital	31,351.07	5.04
Total E	1,598,904.76	297.15
Manufacturing Expenses		
1.5% of installed capital 111,377,050	1,670,655.75	3.03
2.5% of operating capital 2,450,000,000	61,250,000.00	1.62
1.5% of direct costs	23,517.65	1.25
2% addition to direct costs	47,035.30	1.02
Total Manufacturing Expenses	70,473,648.70	297.15
Total A + B + C + D + E	1,567,553.69	297.15
Total Profit	1,567,553.69	297.15
Total Cost	1,567,553.69	297.15

Reductions of DHD Plant 1/1/42-3/31/42

	RM Credits	RM Charges	RM Total Amount
Closing of account for the first quarter 1942	391 836	923 954	532 118
Charged up to other accounts	16 483		515 655
Credits for the 4th quarter 1941		266 259	
Charges for the 4th quarter 1941	3 076		
Remaining charges for the first quarter			778 838
<u>Deductions from the Operating Expenses:</u>			
1.) Hydrogenation gas credit		9 831	
2.) Special deductions	188 852		
3.) Interest on Installation	51 438		
Pure operating expenses for the first quarter			548 379

UNITED STATES
DEPARTMENT OF THE INTERIOR
BUREAU OF MINES
OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUEL
LOUISIANA, MISSOURI

T-455

Mr. Mair
Bookkeeping Department

P/udrigstad 558

6/24/42

COST OF FUEL GASOLINE FROM BERMANIAN GASOLINE

You will find below the accounting for the first quarter, 1942, for the HUD gasoline which we request to have checked. We furthermore ask you to inform us how to correlate the apportionment and interest calculated from our sales balances with the amount charged up in our account.

10/a