

Comparison of preheater temperatures with and without
paste heat exchange

Hochdruckversuche
Lu 558

33

5. Juli 1941 Pfi/R

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Floe

T-425

Beeinflussung der Filtriergeschwindigkeit
von bituminösen Hydrierprodukten.

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

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

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

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

52

313

- 2 -

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

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

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

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

Wie aus der Tabelle hervorgeht, haben SiO₂ und Ca CO₃ auf die Filtrierzeiten der aschefreien (filtrierten) schweren Hydrieröle ganz verschiedenen Einfluss. Während SiO₂ in den Grenzen von 1%-10% die Filtrierzeiten nicht stark, meist nach der negativen Seite beeinflusst bevorzugt der Zusatz von kohlen-saurem Kalk die Filtrationsgeschwindigkeit sehr stark; bei den Abstreiferschwerölen ist mit 1 % bzw. 10% Ca CO₃-Zusatz eine 6 mal so grosse

Leistung festzustellen; bei festefreiem Schleuderöl II ergibt zwar der Kalkzusatz keine Verbesserung der allein schon guten Filtriergeschwindigkeit, aber auch hier zeigt sich, dass Ca CO_3 -Zusatz eine ca 5 mal günstigere Wirkung ausübt als Zusatz gleicher Menge SiO_2 . Hydriermittelöle werden durch beide Zusätze praktisch nicht beeinflusst.

Die z.T. ausserordentliche Verbesserung der Filtrierleistung durch Zusatz von Ca CO_3 scheint auf einer Ausflockung der hochmolekularen (-sauren) Schleimstoffe auf dem alkalischen kohlensauren Kalk zu beruhen. Dafür spricht die Zunahme des Filterrückstandes, der bei 1% Zusatz 46 %, bei 10 % Zusatz nur 11,8% beträgt im Falle von Abstreiferschweröl; im Falle von Schleuderöl sind die entsprechenden Zahlen 80 % bzw. 12,5 %, d.h. auf der geringeren Menge Kalk wird prozentual mehr von den sauren Schleimstoffen niedergeschlagen als auf der 10 fach grösseren Kalkmenge weiter spricht dafür, dass gefällter kohlensaurer Kalk eine bessere Wirkung zeigt wie kristalliner Ca CO_3 , z.B. gemahlener Marmor. Bei den entsprechenden Zusätzen von gemahlenem Marmor ist sowohl die Filterzeit etwas höher als auch die Zunahme im Filterrückstand etwas geringer.

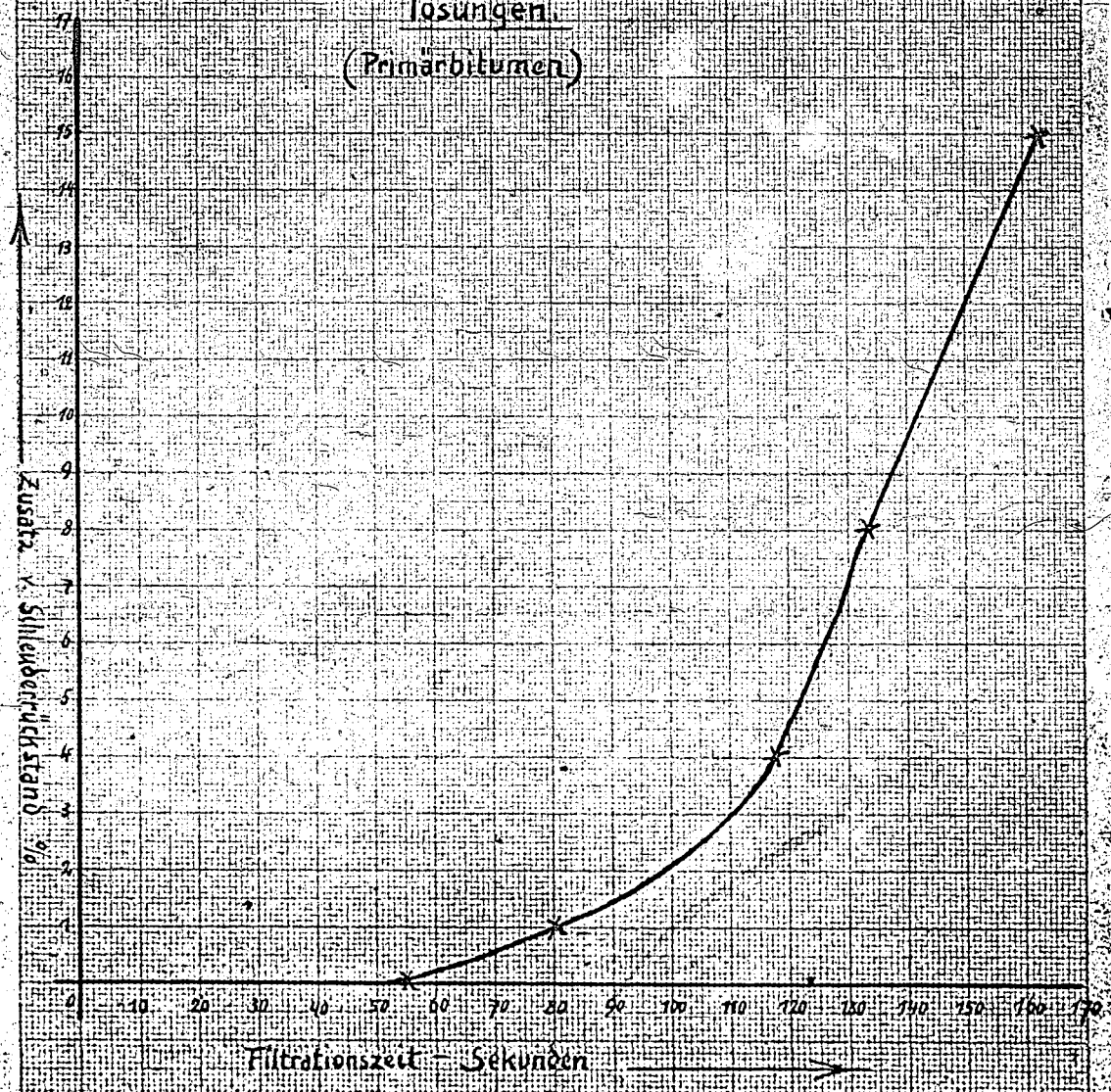
Leider ist die Wirkung von Ca CO_3 auf die aschehaltigen Filtrierabschlämme nicht mehr so ausgeprägt, da die Filtrierzeiten an sich zu hoch liegen, es tritt zwar eine Verbesserung von ca 300 % bei Zusatz von 1 % Ca CO_3 und um weitere 25-30 % ein, wenn man den Ca CO_3 Zusatz von 1 % auf 10 % erhöht, doch ist die erreichte Gesamtfilterzeit noch ungenügend; die Versuche werden fortgesetzt.

gez. Pfirrmann

Gemeinsam mit:

Dr. Lemme

Einfluss
von Schleuderrückstand auf die Filtrations-
zeit von aschenhaltigen Bitumen-
lösungen.
(Primärbitumen)



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

From Dr. M. Pier's Files

T-425

W. M. Sternberg
Dec. 16, 1947

High Pressure Experiments
Lu. 558

July 5, 1941 Pf1/R

INFLUENCING THE RATE OF FILTRATION OF BITUMINOUS HYDRO-
GENATION PRODUCTS.

It has already been observed with most coals that if the prehydrogenation has been permitted to go too far, the filtration rate is reduced by a conversion of primary bitumens. In addition at the beginning of operations, when hydrogenation HOLD had to be used for the thickening of the pasting oil, because of a lack of a return HOLD from the production, the conversion products of the coal were unfilterable, and normal operations could not be started for several days. The nearly ash and carbon-free heavy oil let down obtained on continued hydrogenation of primary bitumens filters much more poorly after being diluted with pasting oil than the original products.

Results of a few tests shown below confirm that even if hydrogenation let-downs are added later to solutions of coal, the rate of filtration drops to a very small proportion.

316 a

A conversion product of upper Silesian coal was used with a pasting proportion of 1 : 1 and diluted with 25 percent of pasting oil, 200 - 300°C, from converter 470; increasing the amounts, from 1 to 15 percent, of the Scholven centrifuge residue were added to the above mixture and the rate of filtration through a suction filter of about 40 sq. centimeter filtering surface was determined after an extensive mixing for three hours at the filtration temperature of 150°C. The filtration times for 100 g of the thinned out material were as follows:

Additions	Filtration time		Yield sq. meter/h
	Min.	Sec.	
Original Mixture			
+ 1.0 percent centrifuge residue	-	54.8	1,640 kg
" + 4 percent	1	17.6	1,150 "
" + 8 percent	1	57.2	766 "
" + 15 percent	2	11.4	683 "
	2	42.6	553 "

Plotting the time of filtration of the diluted coal conversion products in seconds against the percentage additions of the hydrogenation residues will give the curve shown in the appendix.

Additional tests were made to determine whether the nature of the ash affected the rate of filtration. To do this a solid-free oil was obtained by filtration from the above centrifuge residue as well as from the

catchpot heavy oil, and to this different amounts of the finest powdered silica were added to replace an acid ash, and chalk as a basic constituent, and after stirring for three hours at about 140°C, the time of filtration/100 g of the mixture was determined.

The filtration times were determined for 100 g filtrate from a suction filter of about 40 sq. centimeter.

Original Material + Additions	Filtration time in seconds	Ash in the filtrate	Remarks
Catch-pot heavy oil, Ash- free, from con- verter 451, by itself	108	0.03	
" + 1 percent SiO ₂	145	0.02	About 6- fold productivity
" + 1 " CaCO ₃	19	Traces	
Catch-pot heavy oil, Ash-free, from Converter 451, by itself	125	0.005	
" + 10 percent SiO ₂	105	Traces	About 6 fold productivity
" + 10 percent CaCO ₃	20	0.02	
Centrifuge oil II Ash-free, by itself	13	0.02	
" + 1 percent SiO ₂	77	0.02	
" + 1 percent CaCO ₃	16	0.02	

The table shows that SiO_2 and CaCO_3 have entirely different effects upon the rate of filtration of the ash-free (filtered) heavy hydrogenation oils. SiO_2 added within the limits of 1 - 10 percent affects the filtration time not very much, mostly in the negative way; while the addition of calcium carbonate favors very favorably the rate of filtration; with catch-pot heavy oils the rate of filtration is six times as great when with 1 - 10 percent CaCO_3 ; if adding to the solid-free centrifuge oil II, the addition of lime results in no improvement of the already high rate of filtration, but even in this case the addition of CaCO_3 has about a five times more favorable effect, than the addition of the same amount of SiO_2 . The hydrogenation middle oils are practically not affected by the two additions.

The occasionally extraordinary improvement of the filtration by the addition of CaCO_3 appears to be based upon a flocculation of the high molecular weight (acid) sludge materials by the alkaline calcium carbonate. This is confirmed by the increase in the filtration residue which amounts to 46 percent with a 1 percent addition, and to only 11.8 percent with a 10 percent addition in case of the catch-pot heavy oils; in the case of the centrifuge oil the corresponding numbers

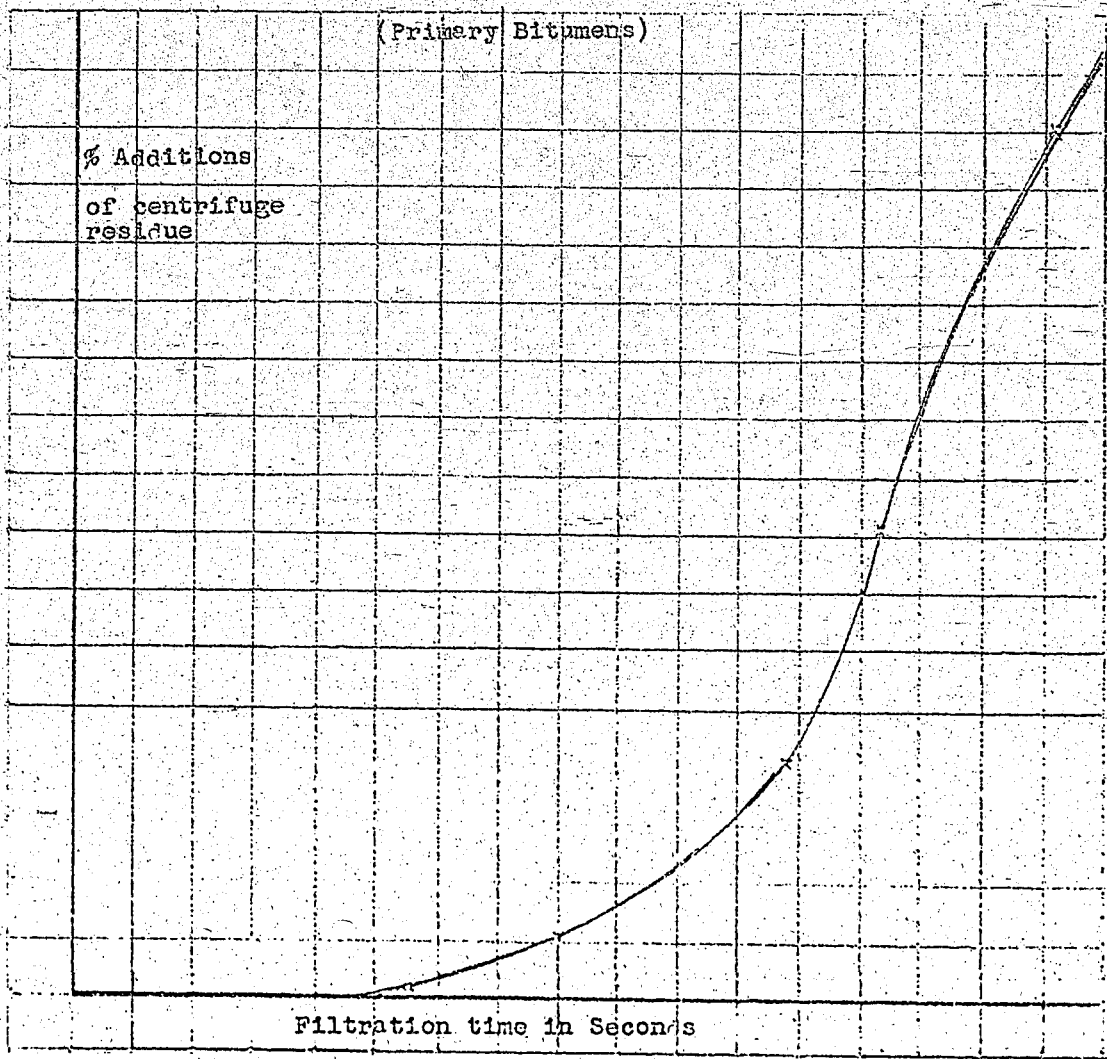
316 d

are 80 percent and 12.5 percent; i.e. with smaller amounts of chalk, more of the acid sludge materials are precipitated than of with 10 times greater amounts of chalk, which again proves that precipitated calcium carbonate acts better than the crystalline calcium carbonate, e.g. ground marble. With the same additions of ground marble the filtration time is somewhat higher and the addition to the filtration residue somewhat lower.

The effect of CaCO_3 upon the ash-containing filtration let-downs is unfortunately not as well noticeable, because the filtration time is so very high, and even if there is an improvement of about 300 percent by the addition of 1 percent CaCO_3 , and a further improvement of 25 - 30 percent when the amount of the CaCO_3 addition is increased from 1 percent to 10 percent, still the total filtration time remains unsatisfactory. The tests are being continued.

/s/ Pflanzmann
with Dr. Lemme

Effect of Centrifuge Residue
on the Time of Filtration of Ash-Free
Solutions of Bitumens



316f

4φ
36

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

Herstellung von anhydrierter Kohle.

Beilage zu Heft 111 "Versuche zur Herstellung von anhydrierter Kohle" vom 21. 4. 43. (213811)

T-428

Zusammenfassung

Es werden die bis jetzt bekannten Verfahren besprochen, welche zur Herstellung von anhydrierter Kohle dienen können. Dabei wird festgestellt, dass das durchgeführte Verfahren der extrahierten Kohlung von Kohle allein für die Erzeugung von anhydrierter Kohle nicht die optimalen Bedingungen aufweist und deshalb bei der Kostenberechnung zu ungünstige Neben ergibt. Günstigere Gestehkosten werden voraussichtlich bei Anwendung höherer Gemenge bzw. bei gleichzeitiger Erzeugung asphaltreicher Öle in grösseren Mengen erzielt werden.

Passiva von Kohle bei der Hydrierung von Schwelstoffen gibt die Möglichkeit, im gleichen Reaktionsstrom ohne wesentliche Zusatzleistung der Beerdigerung noch ausserhalb der Erhitzungsmittel (Anhydrierer Kohle) zu erzeugen, welches sich dann in Preis billiger stellen wird.

Als Verfahren der Regeneration ist die Verfahrensweise mit einem kaltschmelzenden Inhibitor, es muss unter Berücksichtigung der auch zum qualitativen Schritt werden, wie hoch die Abschlusstemperatur gehalten werden kann.

Die Verwendbarkeit der Kohle als anhydriertes
Brennstoffmittel hat folgende Voraussetzungen:

1. Die anhydrierte Kohle muss bei genügendem Druckvermögen einen
Erweichungspunkt von nicht über 70 °C aufweisen.
2. Der Preis der anhydrierten Kohle darf den Preis des besten
bestehenden Rohkohles nicht überschreiten.

Aus diesen Voraussetzungen ergibt sich für das Herstellungsverfahren der anhydrierten Kohle:

1. In der anhydrierten Kohle ist Wasser, Asphalt und Kerosinreste
jedoch geringer Anteil und Festgehalt erforderlich.
2. Das Verfahren muss imstande sein bei einem Erweichungspunkt
von 70 °C des anhydrierten Brennstoffmittels das Arbeitbedi-
gungsgewicht zu halten.
3. Falls die Kohle als anhydrierte Kohle als wesent-
liches Komponente erlangt werden, was der Fall ist, wenn
daneben nur unwesentliche Mengen von asphaltreichen Kohle an-
gewandt werden, so muss die anhydrierte Kohle die gesamten Verfahrens-
kosten tragen, das heißt das Verfahren muss so billig sein
dass der Kohlepreis gehalten werden kann.
4. Die Herstellung von anhydrierter Kohle geeignete Verfahren
sind solche, bei welchen keine Beschädigung der Kohle
durch Oxidation des Kohlenstoffanteils durch anhydrierte
solche Kohle Mengen asphaltreicher Kohle als Rohmaterial
erfolgt, dass von den Gesamtkosten des Verfahrens
ein Teil auf die anhydrierte Kohle entfällt, wie von dem
Rohkohle entfallen können.

Technische Forderung der anhydrierten Kohle

Die Kohle muss bei 70°C Erweichungspunkt bei 100°C
Verfahren des Anhydrierens und der Extraktion der Kohle
eine Erweichung erwarten werden. Diese Verfahren sollen die Kohle
mit einem Erweichungspunkt von nicht über 70°C Erweichungspunkt
erhalten. Die Kohle muss bei 70°C Erweichungspunkt
eine Erweichung erwarten werden. Diese Verfahren sollen die Kohle
mit einem Erweichungspunkt von nicht über 70°C Erweichungspunkt
erhalten.

Erweichungspunkt der Kohle

Die Kohle muss bei 70°C Erweichungspunkt bei 100°C
Verfahren des Anhydrierens und der Extraktion der Kohle
eine Erweichung erwarten werden. Diese Verfahren sollen die Kohle
mit einem Erweichungspunkt von nicht über 70°C Erweichungspunkt
erhalten.

6. Erweiterte Hydrierung bei 700 atm (Lithiumsalzen)

Bei einem geeigneten Erweichungspunkt der anhydrierten Kohle von 70-75 wird bei jungen Kohlen aus Kottlingen bzw. über schlossen das Mischverhältnis erreicht bzw. ein höherer Prozentsatz an asphaltfreien Öl erhalten. Das Verfahren ist im chemischen Hinsicht geeignet. Der Preis des Brikettensatzes liegt jedoch wahrscheinlich über dem Preis.

Wie eingangs erwähnt, sind diese Verfahren aber keine Verfahren mit dem Ziel anhydrierte Kohle, sie wollen vielmehr flüchtigen Extrakt erzeugen. Diesen Zweck entsprechend sind ihre Verfahrensbedingungen gewählt. Für die Herstellung von anhydrierter Kohle kann auf Filtrierbarkeit verzichtet werden. Damit ergibt sich die Möglichkeit des Fahrens mit Wasser-Gasgemischen. Durch diese Änderung wird vorwiegend leichter Einhalt des Antriebsverhältnisses bei gleichzeitiger Erzeugung wesentlicher Mengen höherwertiger asphaltfreier Öl- sowie durch Gefährdung ermöglicht.

Zur Kostenberechnung von anhydrierter Kohle aus Kohle aller bzw. zum Vergleich der Kosten einer solchen anhydrierten Kohle mit der anhydrierten Kohle aus einem Kombinationsverfahren (z. B. Kott-Stein-Stein) sind deshalb folgende Verfahren herangezogen:

- 1.) Erweiterte Hydrierung bei 500 atm mit hoher Gasmenge
- 2.) Erweiterte Hydrierung bei 700 atm mit hoher Gasmenge und hohem Durchsatz bzw. bei gleichzeitiger Erzeugung wesentlicher Mengen von Benzol, Methyl- und Kerosin.

Grundsätzlich können auch Paraffin, naphthalin, Benzol, Kerosin und Methyl- als Haupt- oder Nebenprodukte erzeugen. Versuche unterliegen für diese Verfahren liegen nicht vor.

Die Kostenberechnung unter Hydrierung der Versuchs- bzw. der erweiterten Hydrierung mit geringerer Gasmenge ergibt ein ungefähres Bild.

B. Erweiterte Hydrierung von Steinkohle

Wenn bei der Hydrierung der Ertrakt unter Verwendung anderer, z. B. Stahl, und Metallabschlamm mittels Wasser-Gasgemischen als Extraktions- und Arbeitsmittel vor kommt, wird dieses gleichzeitig eine Anhydrierung der Kohle und eine Kalkulation des Kerosins statt. Vergleichen mit der Erweiterten Hydrierung unter Verwendung von geringerer Gasmenge bei hohem Durchsatz ist es möglich, dass man durch die gleichzeitige Erzeugung von Benzol, Methyl- und Kerosin die Kosten für die Erzeugung von anhydrierter Kohle senken und diese bei der Erzeugung von Benzol, Methyl- und Kerosin durch die Erzeugung von anhydrierter Kohle senken kann.

Ein günstigeres Bild bietet sich bei der Verwendung von
 getropfenem Gas als Anreize (Erwärmsmittel).

	Fall 1 Extrahierende Hydrirung 700 atm mit Mitt- telöl auf Bri- kettensätze	Fall 2 Extrahierende Hydrirung 700 atm mit getropfenem Schwe- tzsch auf Bl. & M. Brikettier- mittel	Fall 3 Extrahierende Hydrirung 700 atm mit getropfenem Schwetzsch auf Bl. & M. Brikettier- mittel
m ³ Gas/kg Feinöl	0,55	0,55	1,51
Waldschwefelsäure	0,42	0,20	0,23
Feinschwefelsäure	0,85	0,68	0,67
Waldschwefelsäure		0,55	0,79
Verbrauch Wasser	0,05	0,09	0,12
Mittelöl			
(neu)	0,09	0,47 (0,45)	0,40 (0,37)
Schwefel			0,23
Brikettiermittel	0,66 (7 ⁰ KS)	0,55 (6 ⁰ KS)	0,54 (6 ⁰ KS)
Absatz des zug. Feinöl	88,2	88,2	88,2
% Chem. N.-Verbrauch bei Anhydrirung	2,6	2,6	2,5 (2)
% Chem. N.-Verbrauch bei Feinhydrirung		3,9	3,5 (3)

Der Vergleich ist v. sich aber aus den oben angeführten Gründen
 nicht streng gültig. Das praktisch gleiche Reaktionsverhalten sollte
 etwas weniger Kohle durch, erzeugt demnach entsprechend weniger Fein-
 schwefelsäure. Letztere aber bei gleichem Reaktionsvermögen etwa die
 dreifache Menge, die gleiche Mittelölmenge bzw. die einfache
 Mittelölmenge, was dann noch wesentliche Schwefelzusätze. Der Re-
 aktionsvermögen wird bei höherer Temperatur gleichmäßig für die Fein-
 hydrirung und für die Anhydrirung der Kohle wesentlich. 200
 2000 kg Schwefelsäure werden in Holz & Holz 1000 kg Wasser & Mittelöl
 erhalten. Im Fall 2 von oben sind also die der Kohle, die 1/3
 den feinsten Kohle erschaffen als Anhydrirungsmittel. Unter der
 Bedingung, dass der Feinhydrirung mit 0,55 Druck und die Kohle allein
 mit Feinschwefelsäure 1,0 getropfen werden könnte, ergibt sich
 ein Ergebnis an Reaktionsvermögen von 1/3. Bei diesem Verfahren

- 1. Feinschwefelsäure
- 2. Waldschwefelsäure
- 3. Anhydrirung

scheint eine wesentliche Verbilligung der Herstellungskosten der anhydrierten Kohle gegenüber der Mittelsäurefraktion möglich. Der richtige Gestehpreis für das Brikkettiermittel ergibt sich, wenn bei der Berechnung von einer vorhandenen Teerhydrierung ausgegangen wird, in der zusätzlich Kohle eingesetzt wird.

Bei Verwendung von Heizteer an Stelle von getropften Teer liegen die Verhältnisse ähnlich. Die vorhandenen Versuchsunterlagen ermöglichen den Vergleich der Erzeugung von Benzol, Heißeil und Brikkettiermittel aus Kohle und Teer mit der Erzeugung von Benzol + Heißeil aus Teer (Fälle 6 und 7).

	Fall 6 Strahlende Hydrierung 700 atm unter Einsatz von Heizteer auf Bi + Heißeil + Brikkettiermittel	Fall 7 Benzol + Heißeil + Heißeil aus Heizteer 700 atm
m ³ Bldg. Gas/kg. Bren.	1,31	2,39
Breidurchsatz	2,22	1,10
Koalkohlsdurchsatz	0,69	-
Teerdurchsatz	0,72	0,73
Leistung: Benzol	0,09	0,07
Heißeil	0,34 (0,29)	0,31 (0,26)
Schweröl	0,16	0,24
Brik.Mittel	0,61 (82 ⁶ KG)	-
Abbau des org. Festen	94,0	-
% chem. K ₂ -Verbrauch der Anhydrierung/KK	2,6 2	7
% chem. K ₂ -Verbrauch der Teerhydrierung/ Teer	3,4 1	3,4 2

Bei gleichbleibendem Teerdurchsatz wird in Fall 6 für das gleiche Reaktionsvolumen noch Kohle mit 0,69 Durchsatz zusätzlich ausgenutzt und daraus Brikkettiermittel erzeugt. Im Vergleich zur gewöhnlichen Teer allein wird gleiche Gasleistung mit nur 1/3 des Teerums erreicht. Nur Teil des Heizteeres geht in

1) von Fall 7
2) errechnet

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

Dr. M. Pier's File

T-428

High Pressure Experiments
Lu. - 558

W. M. Sternberg
December 9, 1947
May 3, 1945
Rk/Le

PREPARATION OF SLIGHTLY HYDROGENATED COAL

(Addition to the table on experiments for
preparation of slightly hydrogenated coal,
April 21, 1943, No. 213, 811).

Summary

The processes known today for the preparation of slightly hydrogenated coal are being discussed. It has been established that as the processes are carried out they fail to produce the optimum results in the production of hydrogenated coal for the extracting hydrogenation, which results in an unfavorable balance in the computation of costs. Better operating results are foreseen when larger amounts of gases are used, or by simultaneous production of asphalt-free oils in larger amounts.

The addition of coal in the hydrogenation of low temperature tars offers the possibility to produce in the same reaction space some briquetting material (slightly hydrogenated coal) without important effects upon the hydrogenation of tar, and this will reduce the price of the briquetting material.

The operations with a cold catchpot is unfavorable from the heat exchanger angle, and the catchpot temperature must be investigated as related to the quality of the let-down.

323a

Application of solid and ash-containing slightly hydrogenated coals as briquetting materials requires:

- 1). That the slightly hydrogenated coal has softening points not exceeding 70 - 75°C, with adequate cohesion qualities.
- 2). The cost of the prehydrogenated coal must not exceed the cost of the originally used amounts of pitch.

These preliminary requirements specify for the production process of slightly hydrogenated coal, that:

- 1). In the slightly hydrogenated coal a high asphalt and gum content is desired with, however, a low ash and solids content.
- 2). The process must permit to maintain the pasting oil equilibrium during the production of briquetting materials with a softening point of 70 - 75°.

3). When the slightly hydrogenated coal is the principal production product (e.g. from coal alone), which is the case when only unimportant amounts of asphalt-free oils are obtained in addition to the coal, the slightly hydrogenated coal must carry the total production costs, i.e. the process must be so cheap that the price of pitch is not exceeded.

4). Such processes are adopted to the production of slightly hydrogenated coals, in which such amounts of asphalt-free oils (gasoline, middle oil, fuel oil) are formed together with briquetting materials of the required quality, that the total costs of the process can be charged up to the slightly hydrogenated coal which it may carry from considerations of prices.

Chemical Advantages of the Different Processes

The extraction and the extracting hydrogenation will be the only processes which will be at first discussed. The coal is pasted in these processes with middle oil, with little or no use of hydrogen, avoiding excessive cracking and with the production of filterable products. If filtration is omitted in these processes we obtain slightly hydrogenated coals.

A). Broche extraction method. The pasting oil equilibrium is not reached at the softening point of the slightly hydrogenated coal of over 220°C. The process must therefore be disregarded.

B). Extraction hydrogenation at 300 atm (Unde). The pasting oil equilibrium is not reached in this method of operation when the softening point of the partially hydrogenated coal is higher than 100 - 120°C. This process must again be considered unsuitable.

C). Extraction hydrogenation at 700 atm (Ludwigshafen). The pasting oil equilibrium is reached with the younger coals from Lorraine and upper Silesia with a suitable softening point of the partially hydrogenated coal of 70 - 75°C and the production of a small excess of asphalt-free oil. The process is satisfactory from a chemical standpoint. The cost of the briquetting material is, however, probably higher than the cost of pitch.

It has already been mentioned that the aims of these processes was not the production of partially hydrogenated coal but rather a filterable extraction. The operating conditions have been selected with an eye to these requirements. The filtration ability may be disregarded in the preparation of slightly hydrogenated coal. This offers the chance to conduct the process with larger amounts of gas. This change will presumably cause an easier reaching of the pasting oil equilibrium with a simultaneous production of an important amount of more valuable asphalt-free oils, as well as an increase in the thruput.

Computations of cost of slightly hydrogenated coal from coal alone, i.e. the comparison of costs of such hydrogenated coals with the slightly hydrogenated coal from a combination process (e.g. coal + low temperature tar) must perhaps be done by consideration of the following processes:

1). Extraction hydrogenation with large amounts of gas at 300 atm.

2). Extraction hydrogenation at 700 atm with large amounts of gas and high thruput, i.e. with a simultaneous production of considerable amounts of gasoline and fuel oil as the principal products, with

briquetting materials as a byproduct. There is at present no experimental basis for this method.

The cost estimates based on experimental results for the extracting hydrogenation with small amounts of gas produce too unfavorable a picture.

D). The process with the addition of low temperature tar.

If middle oil-containing low temperature tar be added during the hydrogenation extraction with higher amounts of gas, replacing middle oil and return hot oil let-down, a simultaneous hydrogenation of coal and refining of tar take place. In comparison with the extraction hydrogenation when small amounts of gas are used (cases 3 and 1 in the table) practically equal amounts of coal pass through the high pressure space in the two cases and in addition in the tar process about the same amount of fresh tar as of pasting oil.

	Case 1 Extraction hydrogenation at 700 atm. middle oil	Case 3 Extraction hydrogenation at 700 atm. with low temperature tar, containing middle oil (42 percent)
Cubic meters of inlet gas/kg paste	0.53	1.04
Paste thruput	2.41	2.20
Pure coal thruput	0.85	0.82
Tar thruput	-	1.33
Production: gasoline	0.05	0.10
middle oil (new)	0.09	0.07 (0.17)
heavy oil	-	0.20
briquetting material	0.66 (77° K.S.)	1.08 (74° K.S.)
Utilization of organic solids	92.8 percent	89.4 percent
Percent of H ₂ consumption for the hydrogenation to pure coal.	2.6	2.6 2)
Percent H ₂ consumption for the tar refining/tar	-	1.1 3)

323 d

-
- 1). Quality of the fuel oil evidently insufficient.
 - 2). The figure assumed on the strength of Case 1.
 - 3). Calculated.
- * Kramer-Sarnow
-

The experiment of the extraction hydrogenation with middle oil and higher amounts of gas are unavailable and the comparison here given is not strictly applicable. One may, however, readily see that the major part of the tar process is the briquetting material and only 76 percent of the tar is obtained as an asphalt-free oil, part of which is derived from coal. The same high pressure volume produces in case 3 about double the amount of gasoline and middle oil, with some heavy oil added to it. 1). A hydrogen consumption of about 1.1 percent can be calculated for the refining of the tar. The utilization of the organic solids is somewhat poorer in case 3, but this is compensated with respect to the quality of the briquetting material (solids content) by having it contain some tar constituents. This process has evidently no particular advantages because no important proportion of the tar is converted into asphalt-free oil.

A more favorable picture is obtained when topped tar is used for pasting (extraction means).

323e

	Case 1 Extraction hydrogenation 700 atm. with middle oil for production of briquetting materials	Case 4 Extraction hydrogenation 700 atm with topped low temperature tar for production of gasoline + middle oil + briquetting materials	Case 5 Extraction hydrogenation 700 atm with topped low temperature tar for production of gasoline, middle oil and fuel oil + briquetting materials
Cubic meters of inlet gas/kg paste	0.53	1.15	1.31
Paste thruput	2.41	2.20	2.19
Pure coal thruout	0.85	0.68	0.67
Tar thruput	-	0.55	0.73
Production:			
gasoline	0.05	0.09	0.12
middle oil (new)	0.09	0.47 (0.45)	0.40 (0.37)
heavy oil	-	-	0.20
briquetting mat.	0.66 (77°K.S.)	0.53 (66°K.S.)	0.54 (55°K.S.)
Utilization of organic solids	92.8	89.2	88.6
Percent hydrogen consumed for hydrogenation referred to pure coal	2.6	2.6 2)	2.6 2)
Percent hydrogen consumed for hydrogenation of tar	-	3.9 3)	3.5 3)

- 1). Quality of the fuel oil evidently insufficient
 2). The figure assumed on the strength of case 1
 3). Calculated
 *) Kramer-Sarnov.

The comparison is again not strictly applicable for the same reason as given above. In practically the same reaction volumes a little less coal is put through, producing accordingly less briquetting material by the additional tar thruput, which results in the production of nearly double the amount of gasoline, a 5-fold amount of middle oil or the 4-fold amount of middle oil with some appreciable amounts of heavy oil 1). The reaction space in this process is used simultaneously for the hydrogenation of tar and slight hydrogenation of coal. In fact, in case 4, a 1,000 kg addition of tar resulted in the production of about 1,000 kg of gasoline + middle oil (part of which is produced from coal) i.e. 7% percent of the dry coal reappears in the briquetting material.

If tar alone were used with a thruput of 0.55, and coal alone with a pure coal thruput of 1.0, a 40 percent saving in the reaction space would be produced. This process appears to permit an appreciable lowering of the production costs of the slightly hydrogenated coal in comparison with the middle oil extraction. The proper production costs of the briquetting material are obtained when we base the computations on the hydrogenation of tar to which coal had been added.

Conditions are similar when preheater tar is used instead of the topped tar. The experimental basis for the computation for the production of gasoline, fuel oil and briquetting material from coal and tar with the production of gasoline + fuel oil from tar is shown in cases 6 and 7.

-
- 1). quality of the fuel oil evidently insufficient
 - 2). the figure assumed on the strength of case 1
 - 3). calculated.
-

	Case 6 Extraction - hydrogenation 700 atm used with precooler tar for production of gasoline + middle oil + fuel oil + briquetting material	Case 7 gasoline + middle oil + fuel oil from precooled tar at 700 atm
m ³ of inlet gas/kg paste	1.31	1.59
Paste thruput	2.22	1.10
Pure coal thruput	0.69	-
Tar thruput	0.74	0.73
Production: gasoline	0.09	0.07
middle oil (new)	0.34 (0.29)	0.31 (0.26)
heavy oil	0.19	0.24
briquetting mat.	0.61 (82°C x 8.5)	-
Utilization of organic solids	84.0	-
Percent hydrogen utilized for slight hydrogenation/ pure coal	2.6 2)	-
Percent hydrogen utilization in the tar hydrogenation/tar	3.4 1)	3.4

With the same tar thruput and in the same reaction space, 0.69 additional coal thruput is obtained in case 6 with production of briquetting material. A comparison of the results with those in the processes with the tar alone shows the same total production of asphalt-free oils of 0.62. One part of the precooled tar is used up in forming briquetting material, while coal produces additional gasoline and middle oil. The softening point of the slightly hydrogenated coal, 82°C, is too high, and a 70 - 75°C softening point for the combination case 6 and will require a small reduction in the production of asphalt-free oil. There is a slight amount of uncertainty about the process for tar alone (case 7) in the operations being carried out at a 4°C lower temperature than in case 6.

- 1). From case 7.
2). Calculated

The values calculated backwards for the slightly hydrogenated coal (on the basis of case 7), gives a hydrogen consumption in agreement with that in case 1. For the combination process coal + precooled tar for the production of gasoline, fuel oil and briquetting material we get in comparison with the separate tar and coal processes, and with the same assumption as in cases 4 and 5, a savings in the reaction spaces amounting to about 40 percent.

General

It is worthy of notice from a chemical and of course also from an economic standpoint that in these combination processes the two hydrogenation processes may to a certain extent be considered as superimposed upon each other in the same reaction space, without either process appreciably affecting the other one; or in other words, that the reaction space in the combination process is appreciably smaller than the sum of the reaction spaces for the two processes carried out separately. In the present case the reaction space occupied by a practically unreacting pasting oil can be utilized by the selection of a pasting oil capable of cracking and hydrogenation (e.g. tar instead of middle oil). The application of these principles to the production of gasoline and fuel oil from coal would permit, i.e., to replace the hot oil let down by some available low temperature tar, producing more asphalt-free oils in the same reaction space.

Technique of the Process

A large scale test is available for extracting hydrogenation with a small amount of gas (cases 1 and 2). There is another large scale run, but lasting only a short time (1 week) for the case 3 (coal + middle oil, containing low temperature tar). The other processes have only been tested in 10 li converters. All methods were run with the use of a cold catchpot, with a heat exchanger connected between the converters and the catchpots. The total liquid reaction product was used for the heat exchange. The reaction products passing through the return pass of the heat exchanger partially plugged it up at the conclusion of large scale runs. For this reason the heat exchange problem does not seem to be entirely solved. It is to be found to what extent the catchpot temperature must be raised to obtain larger amounts of distillate which can be used as heat exchange means.

/s/ Rank

323i

Gelsenberg-Benzin A.G.
Betriebskontrolle

Abschrift

Zurück an

T-352

Vorzimmer Dir. Dr. Pler
Gelsenkirchen-Horst, den 18.6.42

(LPH-71)

Streng vertraulich

Gegenüberstellung der Betriebsergebnisse
der Sumpphase Pölitze und Gelsenberg.

Pölitze:

I.G.

Gelsenberg

Dr. Gromann
Dr. Berger

Dr. Becker
D.I. Scheppert

Dr. Jakob
Dr. Klinkhardt
Dr. Friemelt
O.L. Egli

1) Kohle:

	<u>Pölitze:</u>			<u>Gelsenberg:</u>		
	% H ₂ O i. Rohkohle	% H ₂ O i. TK ₃	Asche i. TKO	% H ₂ O i. Rohkohle	% H ₂ O i. TK ₃	Asche i. TKO
Jan.	5,4	2,6	6,6	7,6		4,3
Febr.	5,4	2,4	7,2	8,1	2,0	4,5
März	4,5	2,7	1,1	8,4		4,3
April	4,5	3,0	6,8	8,0		4,6
	% C	% H	% O	% C	% H	% O
	in Reinkohle			in Reinkohle		
Jan.	81,5		11,6	83,0	5,5	8,7
Febr.	82,2		11,4	83,3	5,6	8,4
März	82,2		11,4	83,0	5,5	8,7
April	83,1		10,4	82,9	5,6	8,8

Die Bestimmung der in die Kammern eingehenden Kohlemenge erfolgt in Gelsenberg auf Grund der Verwiegung der Rohkohle vor der Kohlemahl-anlage. Zur Verfügung stehen Bandwaagen und Hilburgwaagen. Die Reinkohle ergibt sich dann nach Abzug des in der Kohle enthaltenen Wassers und der Asche.

In Pölitze wird die Kohle trocken verwogen und wegen vorläufig noch auftretender Schwierigkeiten der Messung zur Kontrolle die Hubzählermessungen an den Breipressen hinzugezogen. Der volumetrische Förderwirkungsgrad der Breipressen wird konstant mit 0,95 eingesetzt. Er ist ermittelt auf Grund von Behälterreichungen. Zur Berechnung der Reinkohle müssen die Feste-Bestimmungen in Brei- und Anreibeöl hinzugezogen werden.

2) Kontakte bez. auf TKO:

	<u>Pölitze:</u>	<u>Gelsenberg:</u>
Bayermasse	2,5	2,0
Eisensulfat	1,7	1,3
Sulfigran	0,15	0,33

3) Kohlebrei:

Gesamt Festes 51,8 52,9

4) Abschlamm:

% Festes 20 20 - 24
% Asphalt 18 16 - 18

324

Reaktionswasser der Kohlephase:

Stettin gibt auf Grund einer Notiz der HD-Versuche Lu an, daß in der Sumpfphase 75 % des in der Kohle enthaltenen Sauerstoffs im Reaktionswasser anfallen. Weiterhin fallen 10 % des Sauerstoffs als CO₂ und 4 % als CO an. Rest Phenole.

In Gelsenberg wurde anfänglich mit 10 % Wasserneubildung, bezogen auf die Reinkohle, gerechnet, einschl. Salze. Neuerdings wurde auf Grund von Nachrechnungen von Analysen der Reinkohle und des Abstreiferwassers die Wasserneubildung mit 6,6 % zuzüglich 1,7 % für Salze und Phenole gerechnet. Dies entspricht den von Pölitz verwandten Werten, so daß man also übereinkam, künftig die von Stettin angegebene Formulierung für die Berechnung des Reaktionswassers zugrunde zu legen.

- 5) HD-Ölgeinn, berechnet auf Grund des verfügbaren Ölgeinns, unter Zuschlag der in den Siederdruckbetrieben entstandenen Verluste:

	<u>Pölitz:</u>		<u>Gelsenberg:</u>	
	HD-Ölgeinn kg/t Rk.	% Bi + Mi	HD-Ölgeinn kg/t Rk.	% Bi + Mi
Jan.	544		637	96,9
Febr.	533		640	94,6
März	569		646	80
April	576		649	81,7
	Verfügbarer Ölgeinn	% Bi + Mi	Verfügbarer Ölgeinn	% Bi + Mi
Jan.	472	98,8	588	104,5
Febr.	459	100,0	585	103,2
März	497	105,9	601	85,5
April	484	111,0	603	87,7

- 6) Differenzen zwischen HD-Ölgeinn und verfügbarem Ölgeinn = Verlust in der Rückstandsaufarbeitung:

	<u>Pölitz:</u>		<u>Gelsenberg:</u>	
	Diff. i. % d. HD-Ölgeinn		Diff. i. % d. HD-Ölgeinn	
Jan.	72	15,2	49	7,7
Febr.	74	13,9	53	8,6
März	72	12,7	48	7,4
April	92	16	46	7,1

7) HD-Ölgeinn einschl. der nicht nachweisbaren Verluste in Gas und Öl

		Verlust		Verlust:	
Jan.	567	23	685		48
Febr.	559	26	705		63
März	596	27	688		42
April	611	35	693		44

8) Abbau, auf Grund der Analysen verrechnet:

	<u>Pölit:</u> kg Festes im Schleuderrückst.	<u>Gelsenberg:</u> kg Festes im Schleuderrückst.
Jan.	91,5	96,4
Febr.	90,5	96,5
März	92,2	96,0
April	91,7	96,0

9) Schwelerei:

	<u>Pölit:</u>			<u>Gelsenberg:</u>		
	kg Festes i. Schl.-Rückst.	% Festes i. Schl.-Rückst.	Schwel- ausbeute	kg Festes i. Schl.-Rückst.	% Festes i. Schl.-Rückst.	Schwel- ausb.
Jan.	19,4	39,0	78,4	10,0	36,3	80,8
Febr.	21,0	38,5	79,2	11,0	35,4	79,4
März	19,2	38,2	79,7	11,3	35,5	80,6
April	19,4	39,0	79,0	11,0	35,8	78,2

10) Theoretische Verflüssigung: kg C. Abbau =

	<u>Pölit:</u>	0,86	<u>Gelsenberg:</u>
Jan.	867		931
Febr.	866		935
März	882		926
April	886		932

11) Vergasung: C als Öl in KW (C1 bis C4) + CO₂ + CO einschl. 1 %
Kreislauf^{gas}verlust:

	<u>Pölit:</u>	<u>Gelsenberg:</u>
Jan.	Monatszahlen liegen nicht vor	237
Febr.	einzelne Tageswerte zeigen zu starke Differenzen	219
März		220
April		207
		326

- 4 -

Die Berechnung der Vergasung beruht auf nicht sehr sicherer Grundlage. Es erscheint daher richtiger, die Vergasung zu errechnen aus der Differenz der theoretischen Verflüssigung und HD-Ölgeinn. Dabei werden der Vergasung die nicht nachweisbaren Gas- und Ölverluste zugerechnet. Diese Werte sind mit großer Sicherheit bestimmbar:

12) Vergasung errechnet aus Differenz der theoretischen Verflüssigung und HD-Gewinn:

	<u>Pölitz:</u>	<u>Gelsenberg:</u>
Jan.	300	246
Febr.	307	232
März	286	238
April	275	239

13) Zusammenfassung der Bilanz:

In der beiliegenden Aufstellung ist die Bilanz für die 4 Monate beider Anlagen zusammenfassend gegenübergestellt.

14) Unterschiede der Betriebsergebnisse:

Die Unterschiede wurden in dem Monat April als Beispiel diskutiert. Es ergibt sich im verfügbaren Ölgeinn ein Unterschied von

$$\begin{aligned}
 & 603 \text{ kg bei Gelsenberg} \\
 \text{min. } & \underline{484 \text{ kg bei Pölitz}} \\
 = & 119 \text{ kg / t Reinkohle.}
 \end{aligned}$$

Diese Differenz von 119 kg ist durch folgende Punkte zu erklären:

1) Verschiedene C-Gehalte der Kohle:	82 - 83	10 kg
2) Verschiedener Abbau:	91,5 - 96,5	50 "
3) Verschiedene Verluste in der Rückstands- aufarbeitung (niedriger Abbau, höhere Asche)		25 "
4) Verschiedene Vergasung + nicht nachweisbarer Gas + Ölverlust		18 "
5) Verschiedene Bi-Konzentration i. Ölgeinn		7 "
Schlammöl " " "		5 "
		ca. 115 kg

Vergleich der Bilanzen in Pölitz und Gelsenberg
(auf Grund der Messungen der Betriebskontrolle)

	Pölitz				Gelsenberg			
	Jan.	Febr.	März	April	Jan.	Febr.	März	April
	1942				1942			
Reinöl	1000 kg	1000kg	1000kg	1000 kg	1000kg	1000 kg	1000 kg	1000 kg
Abbau	91,5%	90,5%	92,2%	91,7%	96,4%	96,5%	96,0%	96,6%
Theoretische Verflüssigung	867 kg	866 kg	882 kg	886 kg	931 kg	935 kg	926 kg	932 kg
— Vergasung (bez. a. abgeb. C)	54,6%	55,4%	52,4%	51,0%	26,4%	24,7%	25,7%	25,6%
Gas + Ölverlust nicht nachweisb. (bez. a. abgesch. C)	2,6%	3,0%	3,1%	4,0%	5,2%	6,7%	4,5%	4,7%
Hochdruck-Ölgewinn	544 kg	533 kg	569 kg	576 kg	637 kg	641kg	646 kg	649 kg
Verl. a. Rückst. aufarbeitung (bez. a. HD-Ölgew.)	13,2%	13,9%	12,7%	15,9%	7,7%	8,72%	7,0%	7,1%
Verfügbarer Ölgewinn	472	459	497	484	588	585	601	603
L-Benzin Ausbeute						87 %		

Comparison of Liquid Phase Operations, Politz
and Gelsenberg.

By Dr's. Gromann & Berger, Politz Gelsenkirchen-Horst
Dr. Jakob & O. I. Egl, Gelsenberg 18 June 1942
Dr. Becker & D. I. Schappert, I. G.

1) - Coal:

	Politz			Gelsenberg		
	% H ₂ O Raw Coal	% H ₂ O Dry Coal	% Ash Dry Coal	% H ₂ O Raw Coal	% H ₂ O Dry Coal	% Ash Dry Coal
Jan.	5.4	2.6	6.6	7.6		4.3
Feb.	5.4	2.4	7.2	8.1	2.0	4.5
March	4.5	2.7	1.1	8.4		4.3
April	4.5	3.0	6.8	8.0		4.6
	% C	% H	% O	% C	% H	% O
	in pure coal			in pure coal		
Jan.	81.5		11.6	83.0	5.5	8.7
Feb.	82.2		11.4	83.3	5.6	8.4
March	82.2		11.4	83.0	5.5	8.7
April	83.1		10.4	82.9	5.6	8.8

To determine the quantity of coal charged into the stalls in Gelsenberg, the coal is weighed before crushing. Belt conveyor scales and Hilburg scales (proportioning scales?) are available. The pure coal is then determined by deducting the water and ash in the coal.

In Politz the coal is weighed dry and, because of difficulties in weighing, the quantities are checked by the number of paste press strokes. The volumetric efficiency of the paste presses was established at 0.95, based on calibrated containers. In order to compute the pure coal, the solids in the paste and pasting oil must be taken into consideration.

2) - Catalysts based on Dry Coal:

	Politz	Gelsenberg
Bayormass	2.5	2.0
Iron sulfate	1.7	1.3
Sulfigran	0.15	0.33
3) - Coal Paste:		
Total Solids	51.8	52.9
4) - Lotdorm		
% Solids	20.0	20 - 24
% Anphalt	18.0	15 - 18

Reaction Water in the Coal Phase:

Referring to a report from HP-Research, Ia, Stettin states that in the liquid phase 75% of the oxygen contained in the coal is obtained in the reaction water. Another 10% is obtained as CO₂ and 4% as CO, the rest in phenols.

At first, Gelsenberg figured on 10% new water formation based on pure coal, including salts. Recent checks of analyses of pure coal and the cold catchpot liquor (Abstreiferwasser) indicated that 6.6% new water formation plus 1.7% for salts and phenols should be figured. This corresponds to the values used in Politz, so that it was agreed to use the Stettin formula for computing the reaction water in the future.

5) - High pressure oil yield, based on the available oil yield, plus the losses occurring in low pressure operations:

	Politz		Gelsenberg	
	HP-Oil Yield kg/t Pure Coal	% Gasol. % Mi-Oil	HP-Oil Yield kg/t pure coal	% Gasol. % Mi-Oil
Jan.	546		637	96.9
Feb.	533		640	94.6
March	569		646	80.0
April	576		649	81.7
	Available Oil Yield	% Gasol. % Mi-Oil	Available Oil Yield	% Gasol. % Mi-Oil
Jan.	472	98.8	588	104.5
Feb.	459	100.0	585	103.2
March	497	105.9	601	85.5
April	484	111.0	603	87.7

6) - Difference between HP-oil yield and available oil yield = loss in residue processing:

	Politz		Gelsenberg	
		Diff. in % of HP-Oil Yield		Diff. in % of HP-Oil Yield
Jan.	72	13.2	49	7.7
Feb.	74	13.9	53	8.6
March	72	12.7	48	7.4
April	92	16	46	7.1

7) - HP-Oil Yield, including indeterminable losses in gas and oil:

	Politz		Gelsenberg	
		Loss		Loss
Jan.	567	23	635	48
Feb.	559	26	705	63
March	596	27	688	42
April	611	35	693	44

8) - Conversion, based on analyses:

	Politz	Gelsenberg
	kg solids in Centrifuge Residue	kg solids in Centrifuge Residue
Jan.	91.5	96.4
Feb.	90.5	96.5
March	92.2	96.0
April	91.7	96.0

9) - L.T.C. (Schweferei)

	Politz			Gelsenberg		
	Kg solids in Centrif. Residue	% Solids in Centrif. Residue	L.T.C. Yield	Kg solids in Centrif. Residue	% Solids in Centrif. Residue	L.T.C. Yield
Jan.	19.4	39.0	78.4	10.0	36.3	80.8
Feb.	21.0	38.5	79.2	11.0	35.4	79.4
March	19.2	38.2	79.7	11.3	35.5	80.6
April	19.4	39.0	79.0	11.0	35.8	78.2

10) - Theoretical Liquefaction: $kg C \times Conversion / 0.86 =$

	Politz	Gelsenberg
Jan.	867	931
Feb.	866	935
March	882	926
April	886	932

11) - Gasification: C as oil in hydrocarbons (C_1 to C_4) \neq CO_2 \neq CO including 1% circulating gas loss:

	Politz	Gelsenberg
Jan.	Monthly figures are	237
Feb.	not available and	219
March	individual daily	220
April	figures vary too much.	207

The calculation of gasification does not rest on a very sound basis. It seems, therefore, more accurate to compute gasification from the difference between the theoretical liquefaction and the HP-oil yield. In this the indeterminate gas and oil losses are added to gasification. These values can be determined very accurately:

12) - Gasification calculated from the difference between the theoretical liquefaction and the HP-yield:

	Politz	Gelsenberg
Jan.	300	246
Feb.	307	232
March	286	238
April	275	239

13) - Summarizing the Balance:

Attached Table 1, shows a comparison between the monthly balances of both plants.

14) - Differences in Operating Results:

The differences for the month of April are taken as an example, from which we get a difference in the available oil yield of

$$\begin{array}{r} 603 \text{ kg for Gelsenberg} \\ \text{min. } 484 \text{ " " Politz} \\ \hline = 119 \text{ kg/t pure coal} \end{array}$$

This difference of 119 kg may be explained as follows:

- a) varying c-content of coal: 82 = 83 10 kg
- b) variable conversion: 91.5 = 96% 50 "
- c) variable losses in residue processing (lower conversion, higher ash) 25 "
- d) variable gasification and indeterminate gas and oil losses 18 "
- e) variable gasoline concentration in oil yield 7 "
- " " " " " " 5 "

Abt. 115 kg.

/pk1

328d

TABLE 1

Comparison of Balances between PöLITZ and Gelsenberg

Month, 1942	PÖLITZ				GELSENBERG			
	Jan.	Feb.	Mar.	April	Jan.	Feb.	Mar.	April
Pure coal/kg	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
Conversion/%	91.5	90.5	92.2	91.7	96.4	96.5	96.0	96.6
Theoret. Liquef/kg	867	866	882	886	931	935	926	932
Gasific. based on C converted/%	34.6	35.4	32.4	31.0	26.4	24.7	25.7	25.6
Gas & Oil loss indeterminate/%								
based on C-converted	2.6	3.0	3.1	4.0	5.2	6.7	4.5	4.7
HP-Oil Yield/kg	544	533	569	576	637	641	646	649
Loss in residue processing, based on HP-Oil yield/%	13.2	13.9	12.7	15.9	7.7	8.72	7.0	7.1
Available oil yield	472	459	497	484	588	585	601	603
Aviat. gasoline yield						87%		

328e

Geheimes
 Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des
 § 10 R. St. G. B.
 2. Weitergabe nur verflochten bei Postbeförderung
 als "Einschreiben"
 3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Ein-
 schreibers unter geheimerem Verschluss
 Hydrochem. Schöppner u. Co.

Gels.-Buer, den 29.11.43 Bs. ¹²³

F-351
 L.Ph-72

**Vergleichende Untersuchung der
 Abschlämme aus der sauren und alkalischen Fahrweise.
 Einfluss des Breidurchsatzes in den Kammern auf den
 Abbau der Kohle.**

7. Mitt. über Asphaltzulassung

I. Vergleiche zwischen saurer und alkalischer Fahrweise.

In den Monaten Jan. bis Juni 43 wurden eine Reihe von Abschlämmen aus der sauren und alkalischen Fahrweise nach der früher von uns vorgeschlagenen Methode untersucht (vergl. Zusammenfassenden Bericht vom 2.3.42 über die bisher in Scholven durchgeführten Versuche zur Schaffung einer geeigneten Methode für die Asphaltzerlegung). Dabei wurden in den meisten Fällen solche Kammern vergleichend untersucht, bei denen der Breidurchsatz und andere für die Abschlammzusammensetzung bestimmende Faktoren gleich gehalten wurden und die zur Zeit der Probenahme störungslos liefen. Gleichzeitig mit den Abschlämmen wurden auch Anreibeßproben genommen und untersucht (s. Tab. 1).

In Figur 1 ist die Zusammensetzung der Abschlämme als Schaubild und ausserdem die Zusammensetzung des A,B,C-Asphaltes aufgetragen. Aus Fig. 2 ist neben den übersichtlicher aufgetragenen Änderungen in der Zusammensetzung der Abschlämme die aus diesen Proben berechnete mittlere Zusammensetzung der sauren und alkalischen Abschlämme aufgetragen, deren Zahlenwerte auch in Tab. 1 zusammengestellt sind.

Aus diesen Zahlenwerten geht hervor, dass die bei der sauren Fahrweise gewonnenen Abschlämme im Durchschnitt weniger wasserlösliche Salze und weniger Ölharze und Neutralöle, dagegen aber mehr salzfreie Asche und vor allem mehr aschefreies Pyridin-Unlösliches (organ. Festes) und A,B,C-Asphalte enthalten als die bei der alkalischen Fahrweise gewonnenen Abschlämme. Besonders gross ist der Unterschied im A,B,C-Asphalt. Während der alkalische Abschamm im Mittel nur 11,5 % A,B,C-Asphalt enthält, beträgt der A,B,C-Asphaltgehalt im sauren Abschamm 15,1 %. Dass dieser Unterschied nicht allein dadurch bedingt ist, dass bei der alkalischen Fahrweise der Abschamm durch die Sodaßzugabe verdünnt wird, ist dann festzustellen, wenn man das vor dem Heissabscheider zugesetzte Sodaßl rechnerisch eliminiert. Dieses Sodaßl enthält 10 % Soda und besteht im Übrigen aus Anreibeßl, dessen mittlere Zusammensetzung in Tab. 1 angegeben ist. Unter der Annahme, dass 12,5 to alkalischer Abschamm etwa 1,5 to Sodaßl enthält, lässt sich mit der in Tab. 1 angegebenen mittleren Zusammensetzung des Anreibeßls das im alkalischen Abschamm enthaltene Sodaßl rechnerisch eliminieren. Diese rechnerisch ermittelte Zusammensetzung des sodaßlfreien alkalischen Abschlamms ist in Tab. 2 der des sauren Abschlamms gegenüber gestellt. Es ist daraus zu erkennen, dass auch der alkalische "sodaßlfreie" Abschamm weniger Asphalt (12,0 gegenüber 15,1 %) und weniger aschefreies Pyridin-Unlösliches als der saure Abschamm enthält.

Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zu der bisherigen Anschauung, dass alkalische Zusätze in der Hydrierung polymerisierend wirken, dass also diese alkalischen Produkte mehr organ. Festes und Asphalt enthalten müssen, als die bei der sauren Fahrweise gewonnenen

12.11.43

Abschlamm. Zur Klärung dieses Widerspruchs wurden in Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Schmidt einige Versuche im Drehautoklaven durchgeführt, bei denen ein bei der sauren Fahrweise gewonnener Abschlamm sowohl ohne als auch mit Zusatz von 1 % Soda (nicht in Öl aufgeschlämmt) nochmals hydriert wurde. Ausserdem wurde dieser Abschlamm mit einer der Sodaölmenge entsprechenden Menge V-Öl versetzt und hydriert. Die so hydrierten Abschlämme wurden ebenfalls nach unserer Methode zerlegt, wobei zur vergleichenden Betrachtung bei dem mit V-Öl versetzten Abschlamm das V-Öl rechnerisch eliminiert wurde. Die Ergebnisse sind in Tab. 3 und 4 zusammengestellt. Leider lassen sich beide Einflüsse wegen der verschiedenen bei den Versuchen angewandten Wasserstoffpartialdrücke nicht direkt untereinander vergleichen. Weitere diesbezügliche Versuche sind wegen Defekts des Autoklaven zur Zeit auch nicht durchführbar. Trotz der wenigen Versuche und der dabei vorhandenen Streuungen erscheint es doch wahrscheinlich, dass einerseits bei Zusatz von 1 % Soda zum Abschlamm, der hydrierte Abschlamm mehr aschefreies Pyridin-Unlösliches und mehr A,B,C-Asphalt enthält als der ohne Zusatz von Soda hydrierte Abschlamm und, dass man andererseits bei dem mit V-Öl versetzten Abschlamm bei der nachfolgenden Hydrierung ein Produkt mit weniger aschefreiem Festen und weniger A,B,C-Asphalt erhält, als bei dem ohne Zusatz von V-Öl hydrierten Abschlamm. Soda hat also hiernach doch eine polymerisierende Wirkung, wie dies bisher auch angenommen wurde. Wenn diese Wirkung bei Zusatz von Sodaöl nicht zu erkennen ist, so wohl deshalb, weil sich hier 2. Effekte überlagern und zwar:

1. der polymerisierende Einfluss der Soda,
2. der asphalt- und feststoffverringende Einfluss des Verdünnungsölszusatzes, wie er schon früher von uns festgestellt wurde (vergl. hierzu Aktennotiz betr. Einfluss des V-Ölzusatzes im Heissabscheider der Kohlekammern auf die Abschlammzusammensetzung, 4. Mitteilung über die Asphaltzerlegung vom 9.5.43 und Verbesserung der Schwelausbeute bei der Schwelung des Abschlammes durch Zusatz von V-Öl im Heissabscheider, 6. Mitteilung vom 16.12.43).

Offenbar ist dieser zweite Einfluss der stärkere, sodass die polymerisierende Wirkung der Soda vollkommen verdeckt wird.

Man kann deshalb wohl annehmen, dass bei der alkalischen Fahrweise, nur wegen des günstigen Einflusses des Öles im Sodaöl Abschlamm mit geringem Asphalt- und Feststoffgehalt erhalten werden und, dass dieselbe günstige Wirkung auch bei der sauren Fahrweise durch Zugabe von V-Öl vor oder in dem Heissabscheider erreicht werden könnte.

II. Einfluss des Kohlebreidurchsatzes und des Wasserstoffpartialdruckes der Kohlekammern auf den Abbau der Kohle.

In Figur 3 ist der A,B,C-Asphaltgehalt der untersuchten Abschlämme, der aus der salzfreien Asche unter Zuhilfenahme des Gehaltes an salzfreier Asche im Kohlebrei berechnete Abbau, bezogen auf Pyridin-, Benzol- und Tetrachlorkohlenstoffunlösliches in Beziehung gesetzt zum Kohlebreidurchsatz, Wasserstoffpartialdruck und dem C-Gehalt der Hydrierkohle. Die Berechnung des Abbaues auf Pyridin-, Benzol- und Tetrachlorkohlenstoffunlösliches, der ja in Beziehung zu unserer Abschlammzerlegung in organ. Festes = aschefreies Pyridin-Unlösliches und A,B,C-Asphalt steht, erfolgte um festzustellen, inwieweit das im Kohlebrei eingesetzte

Pyridin-, Benzol- und CCl_4 -Unlösliches tatsächlich verflüssigt, oder in asphaltige Öle bzw. A, B, C-asphaltfreie Öle umgewandelt ist. Der Verflüssigungsgrad (der Kohle ist wohl am besten aus dem auf das Pyridin-Unlösliche berechneten Abbau zu ersehen, da die Löslichkeit des Pyridins in etwa der des A-Mittelöls oder Schweröls entspricht, während Benzol eine Reihe von Stoffen nicht auflöst, die erst im Abschlamml gelöst waren. Tetrachlorkohlenstoff seinerseits löst die gesamten A, B, C-Asphalte nicht; der aus dem CCl_4 -Unlöslichen berechnete Abbau entspricht demnach der zu A, B, C-asphaltfreien Ölen abgebauten Kohle.

Wegen der Vielzahl der sich ändernden Faktoren - zu den bereits aufgeführten kommen noch die in Figur 4 zusammengestellten Änderungen der Kontakte und Kontaktmengen - lässt sich aus Figur 3 nicht allzuviel erkennen. Immerhin ist der Einfluss des hohen Breidurchsatzes (saurer Abschlamml, Proben vom 22.4. - 17.5.43) auf den Abbau deutlich zu erkennen. Entsprechend den hohen Breidurchsätzen ist der aus der salzfreien Asche berechnete Abbau bei diesen Proben auffallend niedrig. Diese starke Verringerung des Abbaus kann allerdings auch dadurch noch mit bedingt sein, dass zu dieser Zeit auch die Wasserstoffpartialdrücke verhältnismässig niedrig waren.

Interessant ist hierbei noch, dass sich die Verringerung des Abbaus besonders deutlich bei den auf CCl_4 -Unlösliches berechneten Zahlen bemerkbar macht. So fällt der Abbau bei den oben genannten Durchsatzänderungen von etwa 75 % auf 63 %, also um 12 % ab, während bei den auf Benzol-Unlösliches berechneten abzuwerten nur ein Abfall von 82 auf 73 % und bei dem auf Pyridin-Unlösliches berechneten Abbau von 85 auf 79 % festzustellen ist. Auch bei einigen bei der alkalischen Fahrweise erhaltenen Abschlämmen kann diese Beobachtung gemacht werden. Sie würde bedeuten, dass bei schlechteren Hydrierereigenschaften vor allem der Abbau der Asphalte zurück geht, während die Verflüssigung der Kohle zu asphaltigen Ölen nicht so stark beeinflusst wird. Weitere Untersuchungen in dieser Richtung sind im Gange.

Zusammenfassung: Die Untersuchungen an sauren und alkalischen Abschlämmen zeigen, dass die alkalischen Abschlämme einen geringeren Gehalt an organ. Festen (aschetreies Pyridin-Unlösliches) und an A, B, C-Asphalten besitzen als die sauren Abschlämme. Diese Verringerung ist jedoch nicht durch die alkalische Fahrweise als solche, also durch den Zusatz von Soda, sondern durch den schon früher als günstig nachgewiesenen Ölzusatz in oder vor dem Heissabscheider bedingt. Die Kleinversuche zeigen, erhält man tatsächlich eine Zunahme des org. Festen und des A, B, C-Asphaltes, wenn man anstelle einer Aufschlammung von Soda in Öl nur Soda zusetzt.

Die Versuche zeigen ausserdem, dass bei höheren Breidurchsätzen in dem Kohlekammer die Verflüssigung der Kohle zu asphaltigen Ölen nicht so sehr beeinflusst wird, wie der Abbau der Asphalte zu Ölen.

Verteilung:

Herrn Dir. Dr. Jost,
" Betr.-Dir. Dr. Urban,
I. G. Farbenindustrie
Herrn Dr. Schmidt,
" Dr. Buschmann,
" Dr. Salzer

Kötter

Tabelle 1

	mittl. Zusammensetzg. des sauren Abschlammes aus der Zeit v. 13.1. - 25.6.43	mittl. Zusammensetzg. des alkal. Abschlammes aus der Zeit vom 13.1. - 15.6.43	mittl. Zusammensetzg. des Anreibeöls in der Zeit vom 13.1. - 25.1.43
% Salze	1,5	2,2	0,9
% salzfr. Asche	5,2	4,1	1,7
% aschefr. Pyridin-Unlös.	11,3	9,5	5,9
% A-Asphalt	6,2	4,5	3,2
% B-Asphalt	0,8	1,4	1,0
% C-Asphalt	3,1	5,6	4,9
% Ölharz	13,3	16,4	14,1
% Neutralöl	53,6	56,2	68,3

Tabelle 2

	mittl. Zusammensetzg. des sauren Abschlammes aus der Zeit vom 13.1. - 25.6.43	mittl. Zusammensetzg. d. alkal. Abschlammes aus der Zeit vom 13.1. - 15.6.43, aus dem der vor dem Meissabscheider zugeetzte Sodabrei rechnerisch eliminiert wurde.
% Salze	1,5	1,05
% salzfr. Asche	5,2	4,5
% aschefr. Pyridinunlös.	11,3	10,0
% A-Asphalt	6,2	4,7
% B-Asphalt	0,8	1,5
% C-Asphalt	3,1	5,8
% Ölharz	13,3	16,9
% Neutralöl	53,6	55,5

Tabelle 3

Einfluss eines Zusatzes von 1 % Soda auf die Hydrierung von Abschlämmen im Drehautoklaven.

Zusammensetzung des hydrierten Abschlamms	Abschlamm hydriert mit 95 atü H ₂ -Einfülldruck Temp. 23 mV		Abschlamm hydriert mit 95 atü H ₂ -Einfülldruck Temp. 23 mV + 1% Soda	
	Vers. 1	Vers. 2	Vers. 1	Vers. 2
% wasserlösl. Salze	2,3	2,2	2,9	3,0
% salzfr. Asche	6,6	6,6	6,8	6,8
% aschefr. Pyridin-Unlösliches	23,4	20,5	23,0	30,5
% A-Asphalt	5,1	5,2	4,9	4,6
% B-Asphalt	2,5 } 11,6	2,6 } 10,9	1,1 } 12,2	1,6 } 12,5
% C-Asphalt	4,2	3,1	6,2	6,3
% Ölharz	11,5	13,1	11,2	7,7
% Neutralöl	44,6 } 56,1	46,7 } 59,8	43,9 } 55,1	39,5 } 47,2

Tabelle 4

Einfluss des V-Ölzusatzes auf die Hydrierung des Abschlamms.

Zusammensetzung des hydrierten Abschlamms	Abschlamm hydriert mit 140 atü H ₂ -Einfülldruck Temp. 23 mV		Abschlamm + 14 % V-Öl hydriert bei 140 atü Einfülldruck, wobei das V-Öl nachher rechnerisch eliminiert wurde, Temp. 23 mV	
	Vers. 1	Vers. 2	Vers. 1	Vers. 2
% wasserlösl. Salze	2,2	2,6	2,2	2,3
% salzfr. Asche	6,4	7,3	6,7	6,4
% aschefr. Pyridin-Unlösliches	15,3	21,4	13,9	13,9
% A-Asphalt	4,6	5,3	4,1	4,1
% B-Asphalt	1,7 } 11,6	1,0 } 11,2	1,4 } 9,3	2,2 } 10,2
% C-Asphalt	5,3	4,9	3,8	3,9
% Ölharz	11,0	9,3	67,9	67,2
% Neutralöl	33,5 } 54,5	49,2 } 57,5		

sauer gefahren

Abschlamm-Zusammensetzung

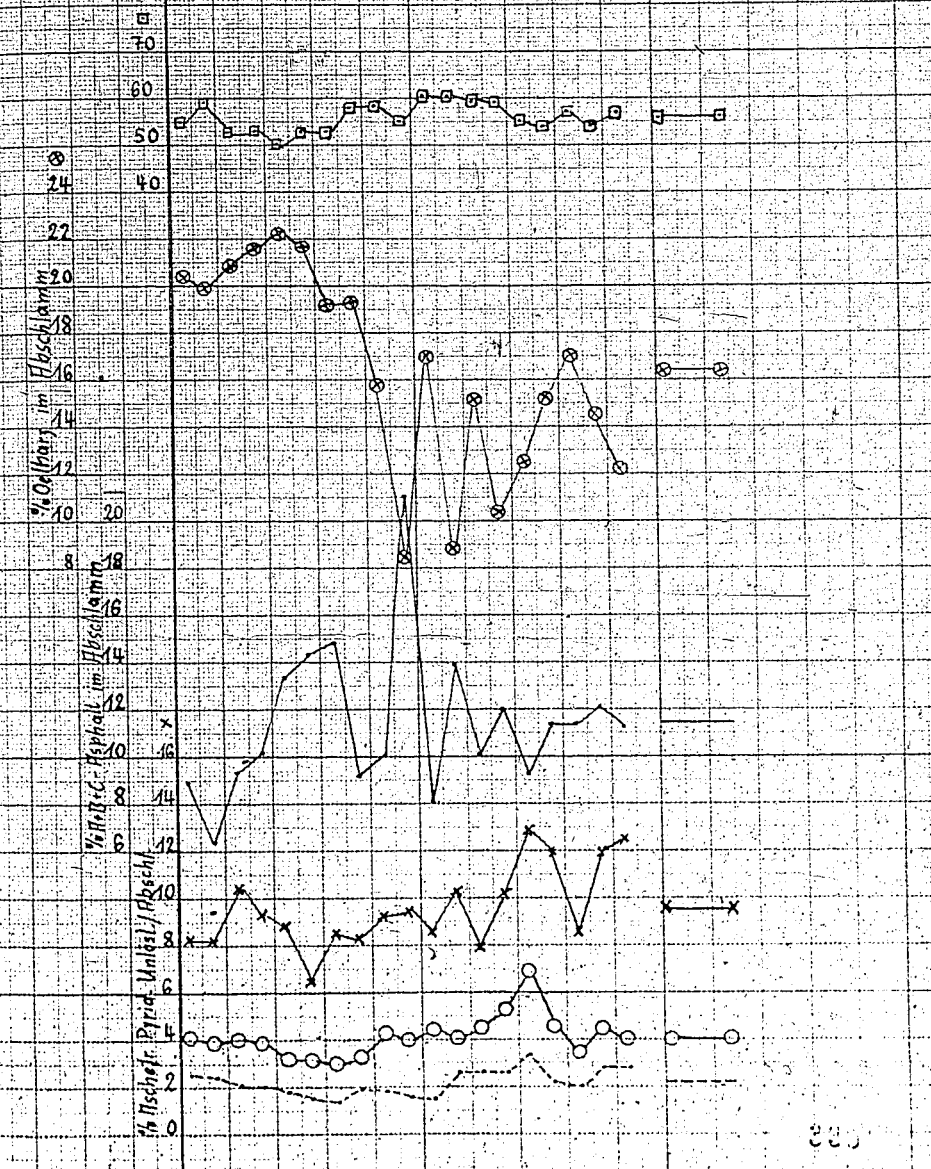
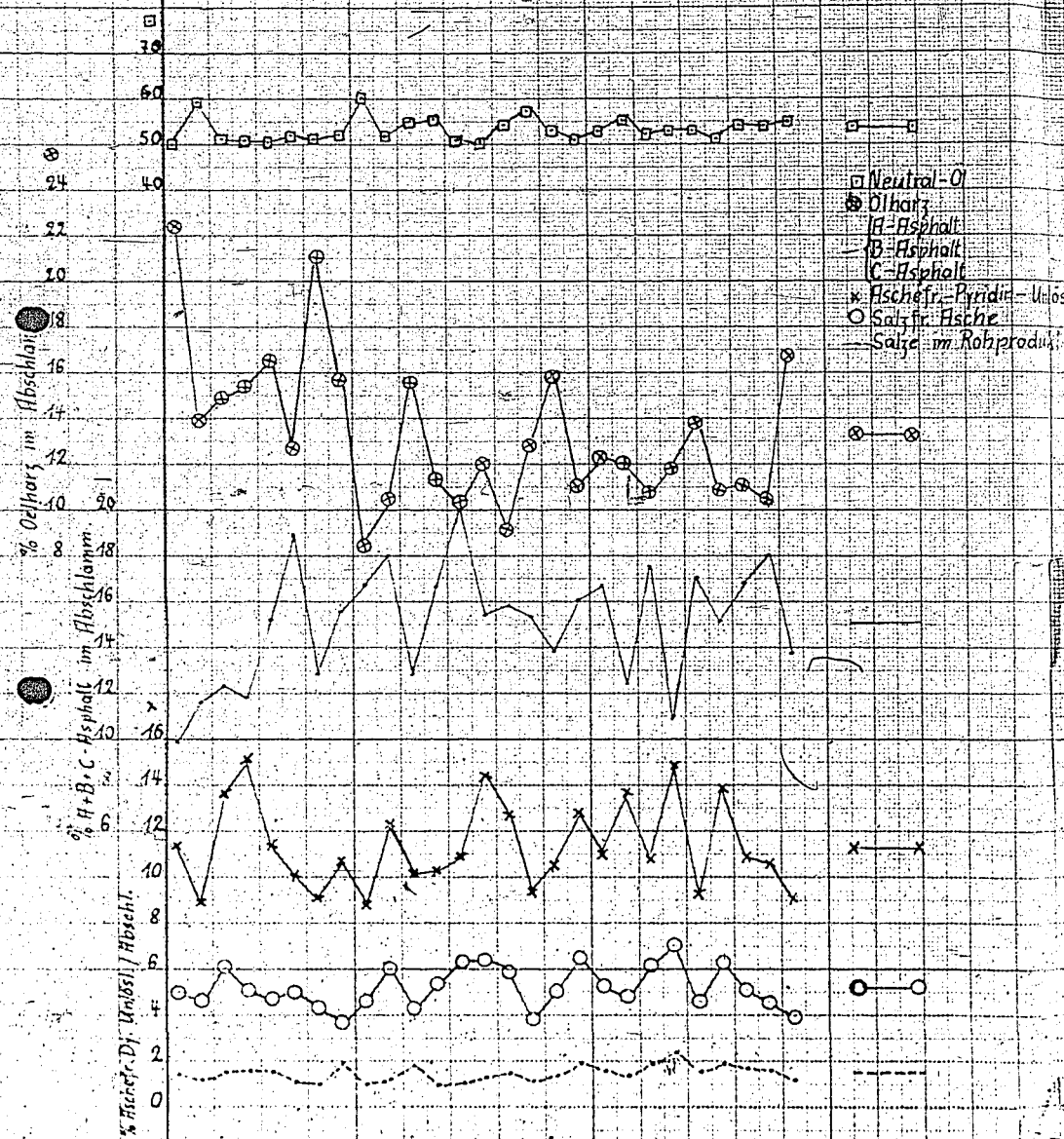
Fig. 2.

1st Reprod.

2nd Fig. 11

alkalisch gefahren

Abschlamm-Zusammensetzung

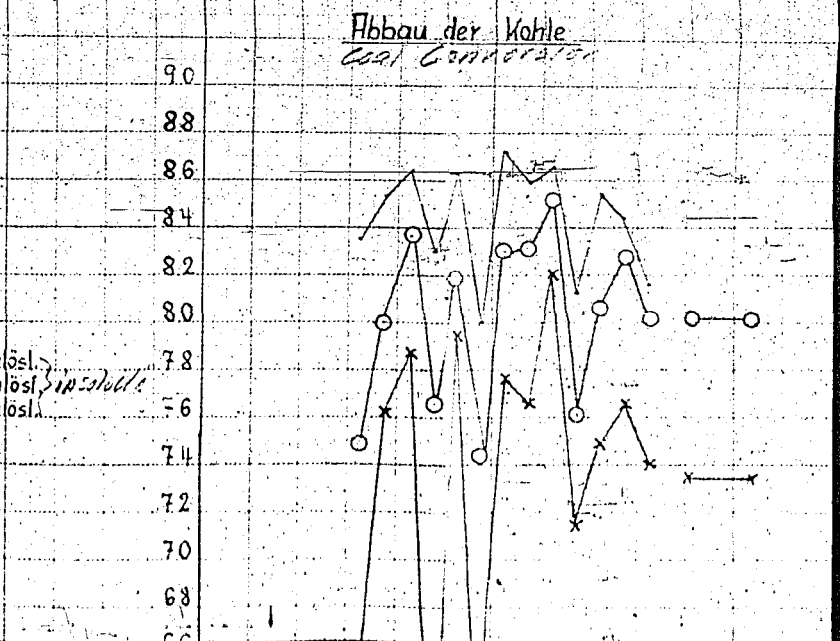
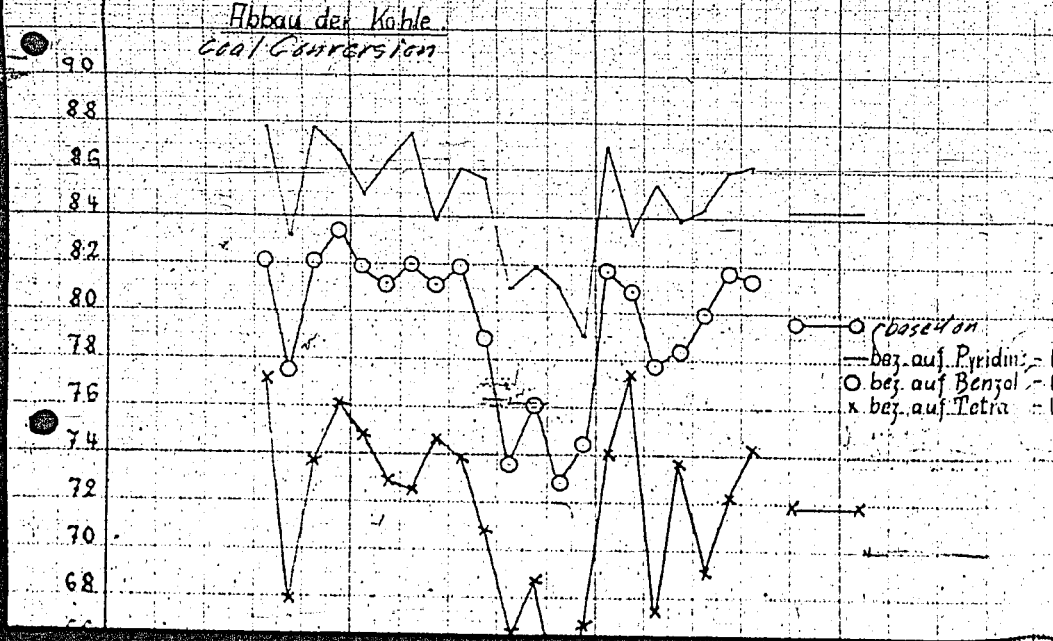
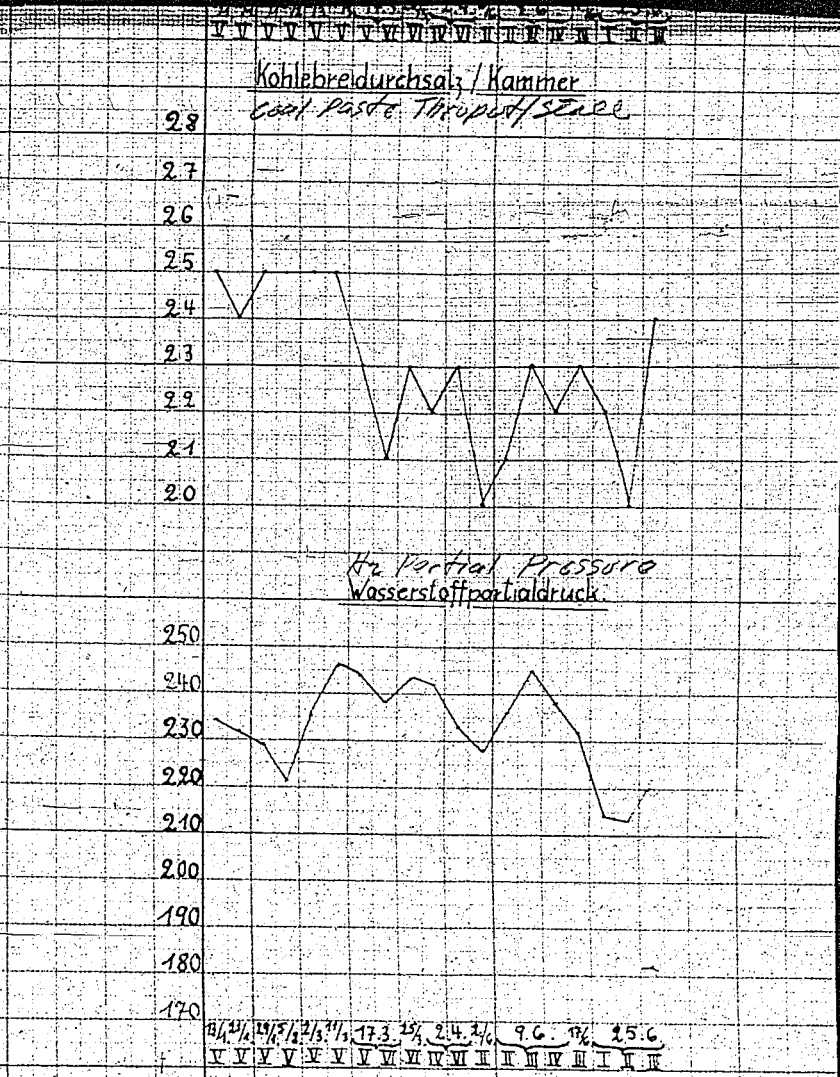
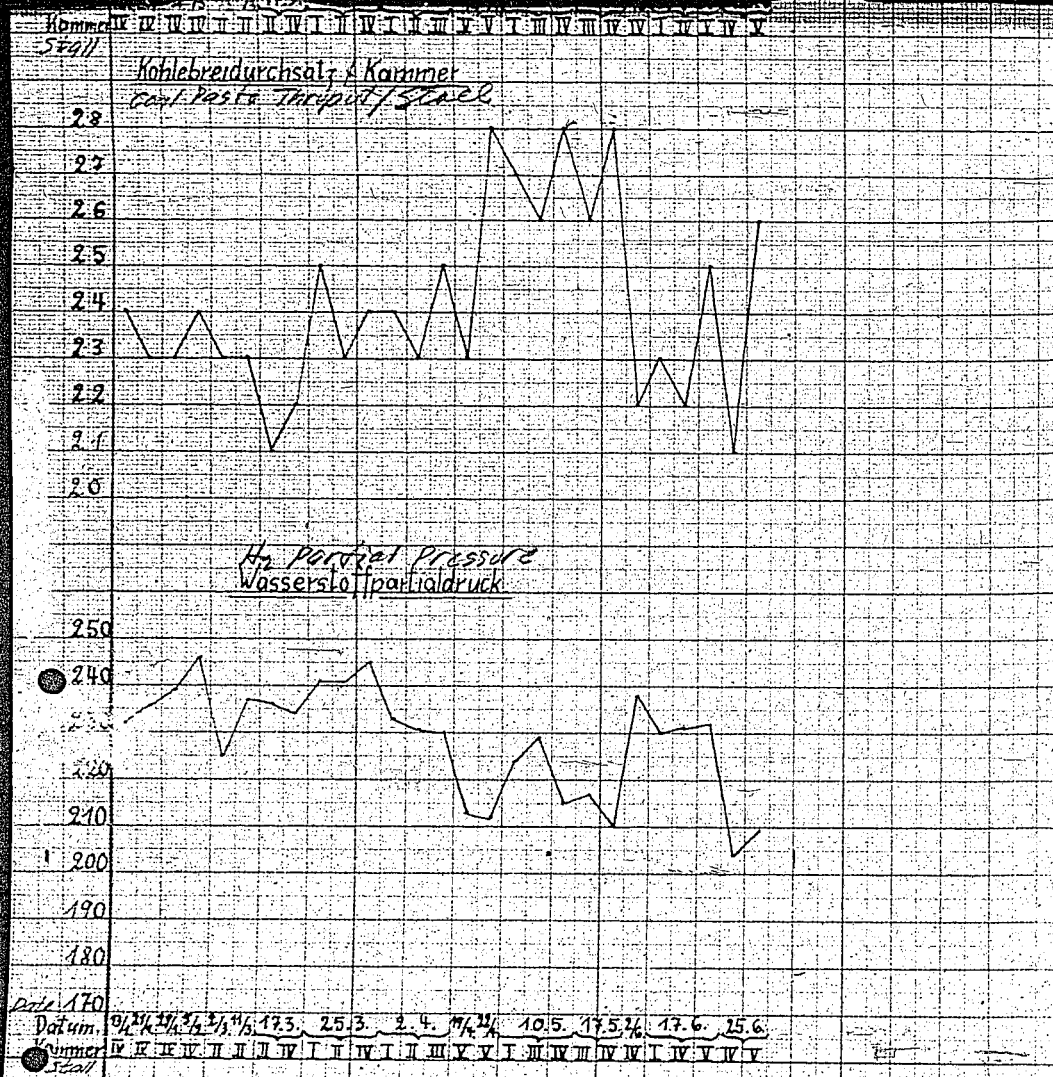


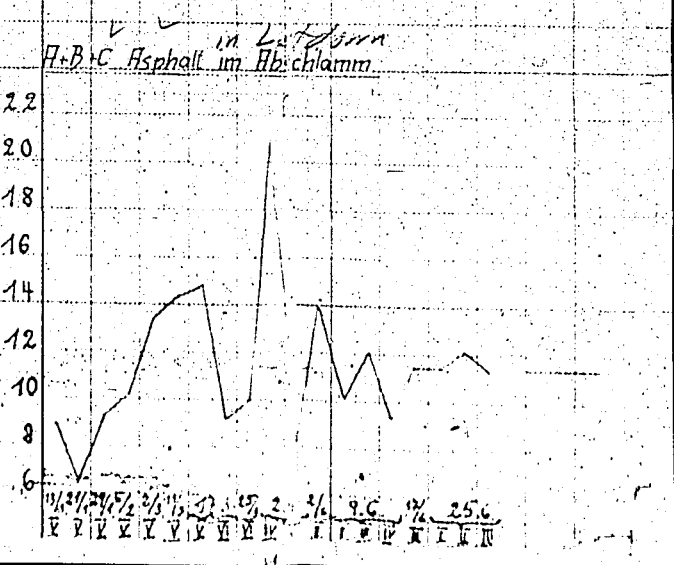
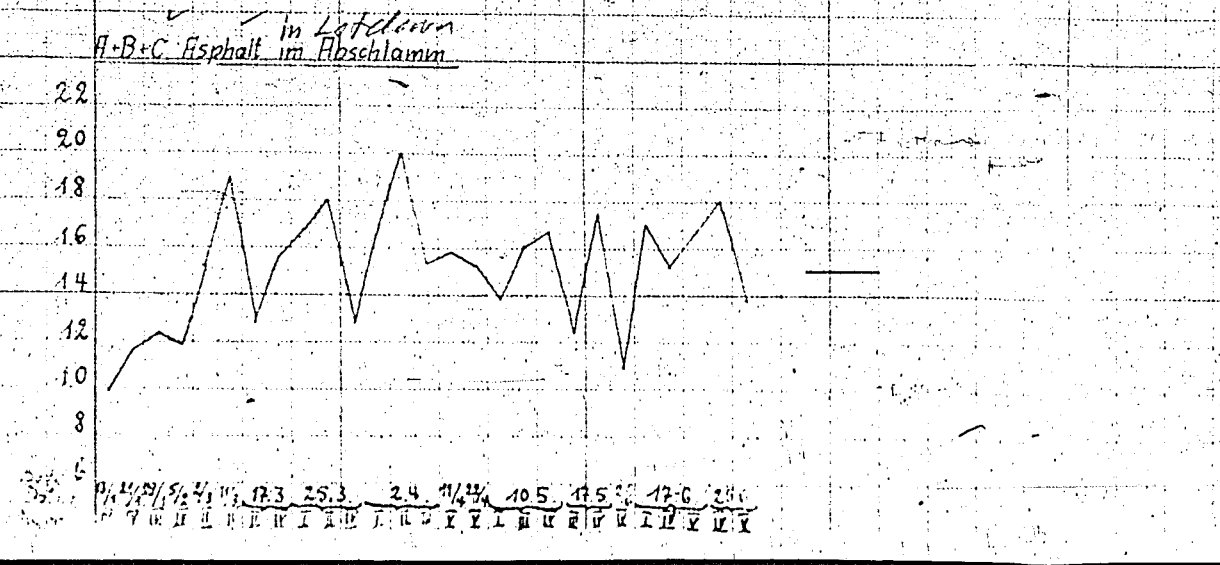
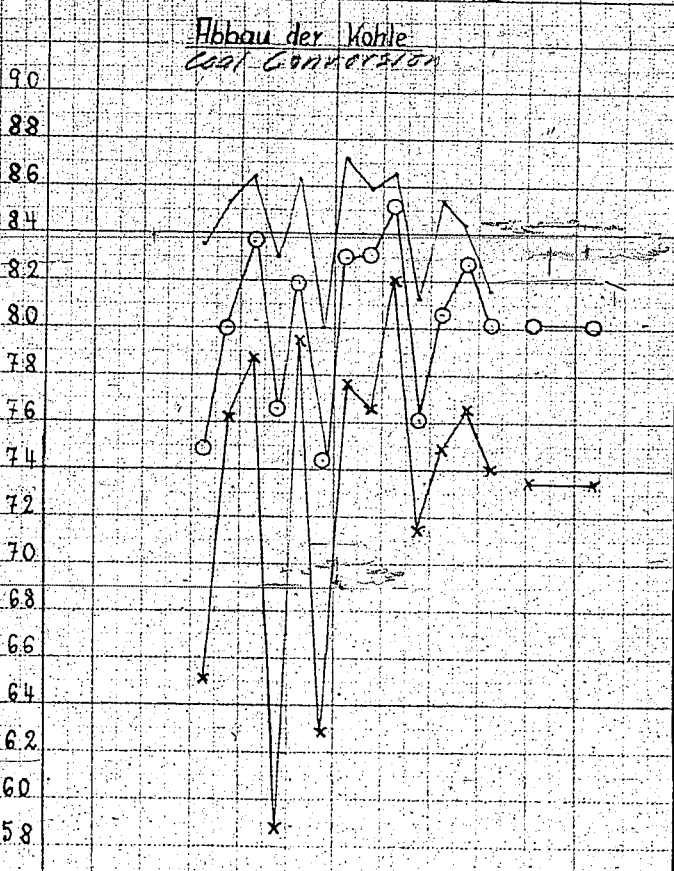
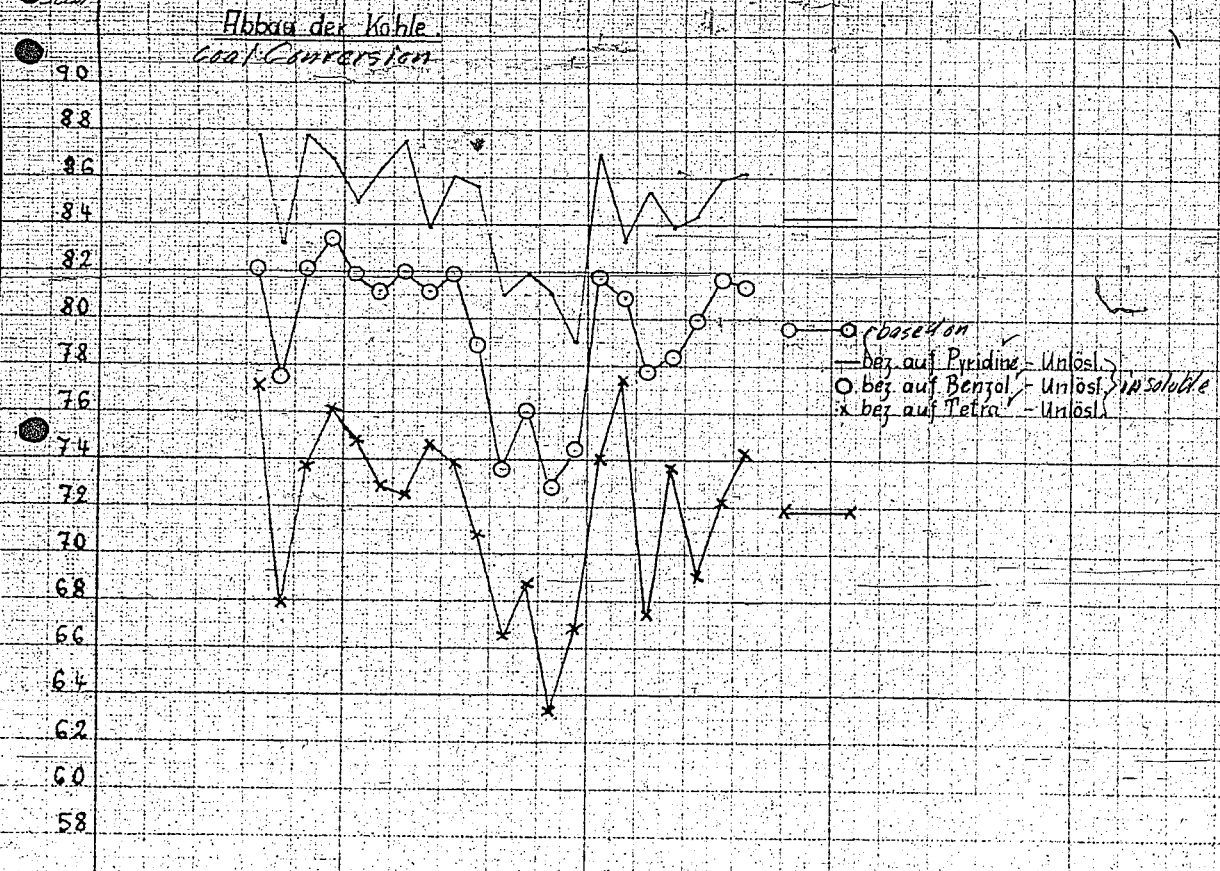
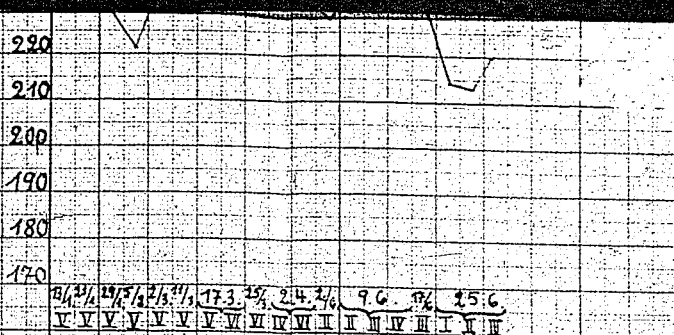
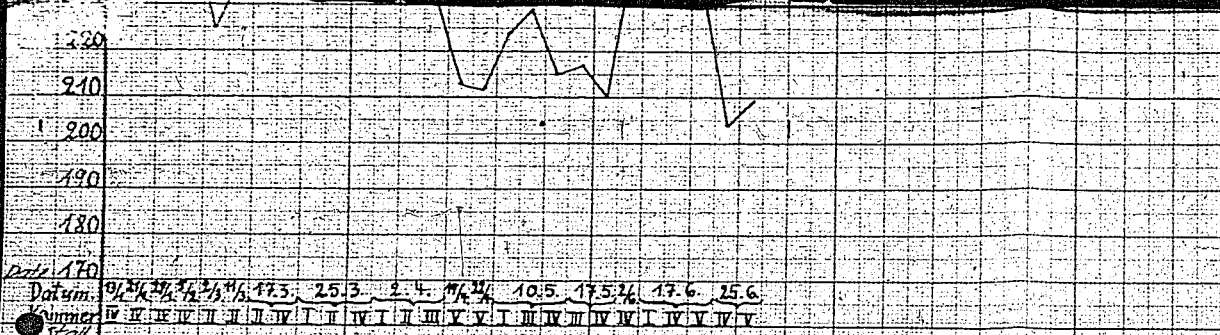
Kanister Datum

1/4	2/4	3/4	4/4	5/4	6/4	7/4	8/4	9/4	10/4	11/4	12/4	13/4	14/4	15/4	16/4	17/4	18/4	19/4	20/4	21/4	22/4	23/4	24/4	25/4	26/4	27/4	28/4	29/4	
17.5.	18.5.	19.5.	20.5.	21.5.	22.5.	23.5.	24.5.	25.5.	26.5.	27.5.	28.5.	29.5.	30.5.	31.5.	1.6.	2.6.	3.6.	4.6.	5.6.	6.6.	7.6.	8.6.	9.6.	10.6.	11.6.	12.6.	13.6.	14.6.	15.6.

Kanister Datum

1/4	2/4	3/4	4/4	5/4	6/4	7/4	8/4	9/4	10/4	11/4	12/4	13/4	14/4	15/4
17.5.	18.5.	19.5.	20.5.	21.5.	22.5.	23.5.	24.5.	25.5.	26.5.	27.5.	28.5.	29.5.	30.5.	31.5.





KCBraun
5-2-47

COMPARISON BETWEEN ACID AND ALKALINE H.O.L.D. AT SCHOLVEN
and
THE INFLUENCE OF PASTE THRUPT IN STALLS ON CONVERSION OF COAL.

Gelaenkirchen Buez
29 Nov. 1943

I. Comparison between Acid and Alkaline Operations.

During the months of January to June 1943 a number of letdowns (Abschlamme = sludges) from acid and alkaline operations were investigated, following a method formerly proposed by us. (Compare combined reports of 2 March 1942 on tests conducted at Scholven to provide a suitable method for the decomposition of asphalt). In most cases, such stalls were compared, in which the paste thrupt and other factors of influence on the composition of the letdown were kept equal and which were operating smoothly at the time of the tests. Tests of pasting oil were made at the same time, see Table 1.

Figure 1 shows the composition of the letdown and the A-, B-, C-asphalts. Table 1 shows the average composition of the acid and alkaline letdowns.

From these figures it may be seen that the letdowns obtained in acid operations generally contain less salts soluble in water and less oil resins and neutral oils, but more ash free of salt, and particularly more ash-free pyridine insolubles (organic solids) and A-, B-, C-asphalts than the letdowns obtained in alkaline operations. The difference in the A-, B-, C-asphalts is especially great. While the alkaline letdown contains an average of only 11.5% A-, B-, C-asphalts, that in the acid letdown is 15.1%. That this difference is not alone due to the fact that in alkaline operations the letdown is diluted by the addition of soda oil can be proved; if the soda oil added before the hot catch pot is mathematically eliminated. This soda oil contains 10% soda and for the rest consists of pasting oil, the mean composition of which is given in Table 1. On the assumption that 12.5 t of alkaline letdown contain about 1.5 t of soda, the soda oil contained in the alkaline letdown can be mathematically eliminated with the mean composition of the pasting oil given in Table 1. This mathematically determined composition of the alkaline letdown free of soda oil is compared with that of the acid letdown in Table 2. It may be seen therefrom, that the alkaline letdown free of soda oil also contains less asphalt, 12.0 compared to 15.1%, and less ash-free pyridine insoluble than the acid letdown.

This result is contrary to the former opinion that alkaline additions in hydrogenation are polymerizing and that, therefore, these alkaline products must contain more organic solids and asphalts than the letdowns obtained in acid operations. To clarify this contradiction, experiments were made in a revolving autoclave in cooperation with Dr. Schmidt, in which a letdown obtained in acid operations was again hydrogenated, both with and without the addition of 1% soda (not suspended in oil). This letdown was also mixed with a quantity of

thinning oil proportioned to the soda oil and then hydrogenated. The letdowns so hydrogenated were also decomposed by our method, wherein the thinning oil added to the letdown in the preceding case was mathematically eliminated. The results are summarized in Tables 3 and 4. Unfortunately, the two influences cannot be directly compared with each other because of the different H_2 partial pressures used in the experiments. In spite of the few experiments and the scattered values obtained, it nevertheless appears probable that, in the case of the addition of 1% soda to the letdown, the hydrogenated letdown contains more ash-free pyridine insoluble and more A-, B-, C-asphalts than the letdown hydrogenated without the addition of soda, and that, on the other hand, a product with less ash-free solids and less A-, B-, C-asphalts is obtained with the letdown mixed with thinning oil and then hydrogenated than with the letdown hydrogenated without the addition of thinning oil. Accordingly, soda has indeed a polymerizing effect, as had been previously assumed. If this effect cannot be recognized when soda oil is added, it is probably due to overlapping effects, i. e.;

- 1) - the polymerizing influence of soda,
- 2) - the influence of the added thinning oil in reducing the asphalt and solids, as previously determined by us. (Compare report on the influence of the addition of thinning oil to the hot catchpot of coal-stalls on the composition of the letdown, the report on asphalt decomposition, of 9 May 1943, and report on improving the carbonization yield in the L.T.C. of letdown by adding thinning oil to the hot catchpot, of 16 Dec. 1943.)

Apparently, the second influence is the stronger, so that the polymerizing effect of soda is completely covered up.

We may, therefore, well assume that in alkaline operations letdowns with low asphalt and solids content are obtained only because of the favorable influence of the oil in the soda oil, and that a like favorable effect could be obtained in acid operations by adding thinning oil before or into the hot catchpot.

II. Influence of the Coal Paste Thruput and the H_2 Partial Pressure in the Coal Stalls on Coal Conversion.

In Fig. 2, the A-, B-, C-asphalt content of the letdowns investigated and the conversion, based on insolubles in pyridine-benzol and carbon-tetrachloride, calculated from the salt-free ash with the aid of the content of salt-free ash in the coal paste, is compared with the coal paste thruput, H_2 partial pressure, and the C-content of the hydrogenation coal. The calculation of the conversion on pyridine-, benzol- and carbon-tetrachloride insolubles, which, of course, is dependent upon our letdown decomposition into organic solids, ash-free pyridine insoluble and A-, B-, C-asphalt, was done in order to determine how far the pyridine-, benzol- and CCl_4 -insolubles put into the coal paste were actually liquefied or converted into asphaltic or A-, B-, C-asphalt-free oils. The degree of liquefaction of the coal can probably best be seen from the conversion calculated from the pyridine insoluble, because the solubility of pyridine corresponds approximately to that of A-middle oil or heavy oil, while benzol precipitates a number of substances, which are first dissolved in letdown

oil. Carbon-tetrachloride, for its part, does not dissolve all of the A-, B-, C-asphalts. The conversion calculated from the CCl_4 -insoluble accordingly corresponds to the coal converted to A-, B-, C-asphalt-free oils.

Because of the multitude of varying factors, to those already mentioned must be added the changes in catalysts and catalyst quantities summarized in Table 5; not too much can be determined from Fig. 2. However, the influence of high paste thruput (acid letdown tests of 22 April to 17 May 1943) on conversion is clearly recognized. The conversion calculated from the salt-free ash in these tests is strikingly low in proportion to the high paste thruputs. This sharp decrease in conversion, however, might also be due to the comparatively low H_2 partial pressures at the time.

It is of further interest that the decrease in conversion is particularly noticeable in the figures calculated from the CCl_4 -insoluble. The conversion in the above mentioned changes in thruput drops from about 75% to 63%, or by 12%, while the conversion calculated from the benzol-insoluble drops only from 82% to 73%, and that calculated from the pyridine-insoluble from 86% to 79%. This observation can also be made with some of the letdowns obtained in alkaline operations. It would mean that with poor hydrogenation properties the asphalt conversion is particularly lowered, while the liquefaction of coal to asphaltic oils is not influenced so strongly. Further investigations in this field are under way.

Summary.

The investigations of acid and alkaline letdowns indicate that the alkaline letdowns have a lower content in organic solids (ash-free pyridine insoluble) and A-, B-, C-asphalts than the acid letdowns. This decrease, however, is not due to the alkaline operation as such, or the addition of soda, but to the oil addition into or before the hot catchpot, which had previously been shown to be favorable. As shown by small scale experiments, an actual increase in organic solids and A-, B-, C-asphalts is obtained, if, instead of soda suspended in oil, soda alone is added.

The experiments further indicate that, with higher paste thruputs in the coal stalls, the liquefaction of coal to asphaltic oils is not influenced as much as the conversion of the asphalts to oils.

/pk1

337c

TABLE I

	Mean Composition of acid letdown betw. 1/13 & 6/25/43	Mean Composition of alkaline let- down betw. 1/13 & 6/15/43	Mean Composition of pasting oils betw. 1/13 & 6/25/43
% Salts	1.5	2.2	0.8
% Salt-free ash	5.2	4.1	1.7
% Ash-free pyridine insoluble	11.3	9.5	5.9
% A-asphalt	6.2)	4.5)	3.2)
% B-asphalt	0.8) 15.1	1.4) 11.5	1.0) 9.1
% C-asphalt)	8.1)	5.6)	4.9)
% Oil Resin	13.3	16.4	14.1
% Neutral Oil	53.6	56.2	68.3

TABLE 2

	Mean Composition of acid letdown betw. 1/13 & 6/25/43	Mean Composition of acid let- down betw. 1/13 & 6/15/43, from which the soda paste added be- fore the hot catchpot has been mathematically eliminated.
% Salts	1.5	1.05
% Salt-free ash	5.2	4.5
% Ash free pyridine insoluble	11.3	10.0
% A-asphalt	6.2)	4.7)
% B-asphalt	0.8) 15.1	1.5) 12.0
% C-asphalt	8.1)	5.8)
% Oil Resin	13.3	16.9
% Neutral Oil	53.6	55.5

337d

TABLE 3

Influence of 1% Soda Addition on Hydrogenation of Letdowns in Revolving Autoclaves

Composition of hydrogenated letdown	Letdown in hydrog. @ 95 atm H ₂ filling press, without soda. Temp. 23 mV		Letdown hydrog. @ 95 atm H ₂ filling press, with 1% Soda. Temp. 23 mV	
	Exper. 1	Exper. 2	Exper. 1	Exper. 2
% Salts soluble in H ₂ O	2.3	2.2	2.9	3.0
% Salt-free ash	6.6	6.6	6.8	6.8
% Ash-free pyridine insoluble	23.4	20.5	23.0	30.5
% A-asphalt	5.1)	5.2)	4.9)	4.6)
% B-asphalt	2.3) 11.6	2.6) 10.9	1.1) 12.2	1.6) 12.5
% C-asphalt	4.2)	3.1)	6.2)	6.3)
% Oil Resin	11.5) 56.1	13.1) 59.8	11.2) 55.1	7.7) 47.2
% Neutral Oil	44.6)	46.7)	43.9)	39.5)

TABLE 4

Influence of Thinn. Oil Addit. on Hydrogenation of Letdown

Composition of hydrogenated letdown	Letdown hydrog. @ 140 atm H ₂ filling pressure Temp. 23 mV		Letdown w/ 14% Thinn. Oil hydrog. @ 140 atm H ₂ fill. press. wherein the Th. Oil was later math. elim. Temp 23 mV	
	Exper. 1	Exper. 2	Exper. 1	Exper. 2
% Salts soluble in H ₂ O	2.2	2.6	2.2	2.3
% Salt-free ash	6.4	7.3	6.7	6.4
% ash-free pyridine insoluble	15.3	21.4	13.9	13.9
% A-asphalt	4.6)	5.3)	4.1)	4.1)
% B-asphalt	1.7) 11.6	1.0) 11.2	1.4) 9.3	2.2) 10.2
% C-asphalt	5.3)	4.9)	3.8)	3.9)
% Oil Resin	11.0) 54.5	9.3) 57.5	67.9	67.2
% Neutral Oil	53.5)	48.2)		

TABLE 5

7-351

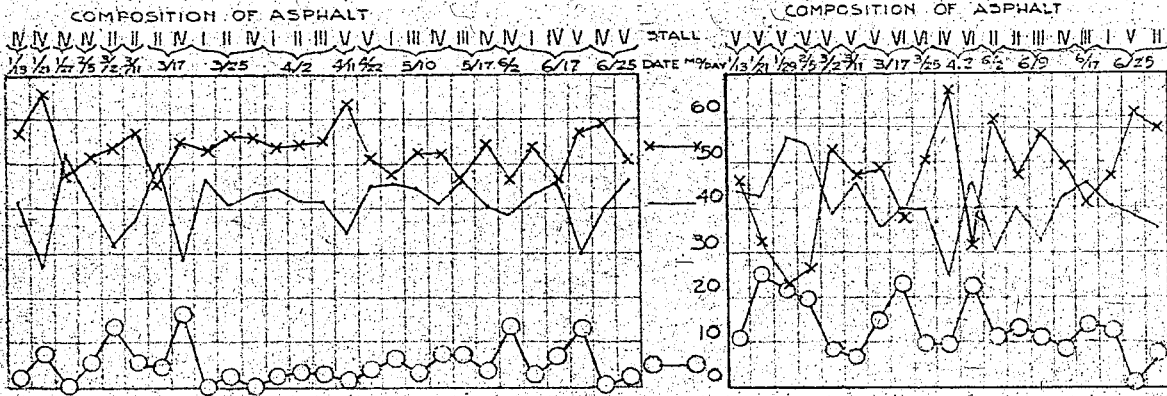
OPERATIONAL CHANGES IN THE STALLS

Stalls	Date Day/No.	Temperature		Proportion gas	FeSO ₄	Catalyst			H ₂ Partial Press.	Thruput, t past g. oil/h	Thruput, t coal paste/h
		Light oils & gas	Letdown			Ia Pb. Acetate	II SnO ₂	I NH ₄ Cl			
-Acid Stalls-	IV 13/1	57.9	42.1		0.12	0.03	0.6	232	0.5	24.0	
	IV 21/1	56.7	43.3		"	"	"	236	1.5	23.0	
	IV 29/1	58.6	41.4	2.0	"	"	"	239	1.0	23.0	
	IV 5/2	55.9	44.1		"	0.06	0.9	246	1.0	24.0	
	II 2/3	45.0	55.0	0.5	0.12	0.03	0.6	225	"	23.0	
	II 11/3	45.8	54.2		"	"	"	237	"	23.0	
	II 17/3	32.5	67.5		"	"	"	236	"	21.0	
	IV 17/3	39.1	60.9		"	"	"	236	"	22.0	
	I 17/3	54.8	45.2		"	"	0.9	243	"	25.0	
	II 25/3	59.6	40.4		"	"	"	243	"	23.0	
	IV 25/3	46.3	53.7		"	"	"	243	"	24.0	
	I 25/3	56.3	43.7		"	"	"	231	"	24.0	
	II 2/4	54.8	45.2		"	"	"	231	"	23.0	
	III 2/4	47.3	52.7		"	"	"	231	"	25.0	
	V 11/4	(1) 52.6	47.4		"	"	"	218	"	23.0	
	V 22/4	(2) 38.8	61.2		"	"	0.7	221	"	28.0	(1) without cold paste
	I 22/4	(1) 40.5	59.4		"	"	"	224	"	27.0	(2) with cold paste
	III 10/5	(3) 54.8	45.2		"	"	"	229	1.5	26.0	(3) Low temp.
	IV 10/5	(2) 50.2	49.8		"	"	"	215	1.5	28.0	
	III 17/5	(3) 57.1	42.9		"	"	"	217	"	26.0	
	IV 17/5	(2) 46.4	53.6		"	"	"	210	"	28.0	
	IV 2/6	58.1	41.9		"	"	"	238	0.5	22.0	
	I 2/6	48.6	51.4		"	"	1.0	230	0.5	23.0	
	IV 17/6	52.8	47.2		"	"	0.7	231	1.0	22.0	
	V 17/6	49.3	50.7		"	"	"	232	1.0	25.0	
IV 25/6	47.8	52.2		"	"	"	204	0.5	21.0		
V 25/6	49.6	50.4		"	"	"	209	1.0	26.0		
-Alkaline Stalls-	V 13/1	39.5	60.5		0.12	0.03	0.6	234	1.0	25.0	
	V 21/1	48.7	51.3		"	"	"	232	"	24.0	
	V 29/1	43.9	56.1	2.0	"	"	"	229	"	25.0	
	V 5/2	(4) 37.1	62.9		"	0.06	0.9	221	"	25.0	
	V 2/3	40.1	59.9	0.5	0.12	0.03	0.6	235	2.5	25.0	
	V 11/3	39.7	60.3		"	"	"	244	1.0	25.0	
	V 17/3	44.1	55.9		"	"	"	236	3.0	23.0	
	IV 17/3	44.7	55.3		"	"	"	236	1.0	21.0	
	IV 25/3	42.7	57.3		"	"	"	236	"	21.0	
	IV 25/3	43.5	56.5		"	"	0.9	243	"	23.0	
	VI 2/4	40.3	59.7		"	"	"	242	"	22.0	
	II 2/6	55.2	44.8		"	"	"	233	"	23.0	
	II 2/6	59.2	40.8		"	"	1.0	228	0.5	20.0	
	II 2/6	59.2	40.8		"	"	"	240	"	21.0	
	III 9/6	45.4	54.6		"	"	"	240	2.0	23.0	(4) Neut. 3rd Conv.
IV 9/6	47.6	42.4		"	"	"	240	0.5	22.0		
III 17/6	45.1	54.9		"	"	"	240	0.5	22.0		
I 17/6	39.1	60.9		"	"	"	232	2.0	23.0		
I 25/6	39.1	60.9		"	"	"	214	1.0	22.0		
II 25/6	53.0	47.0		"	"	"	213	0.5	20.0		
III 25/6	59.0	41.0		"	"	"	220	1.0	24.0		

337

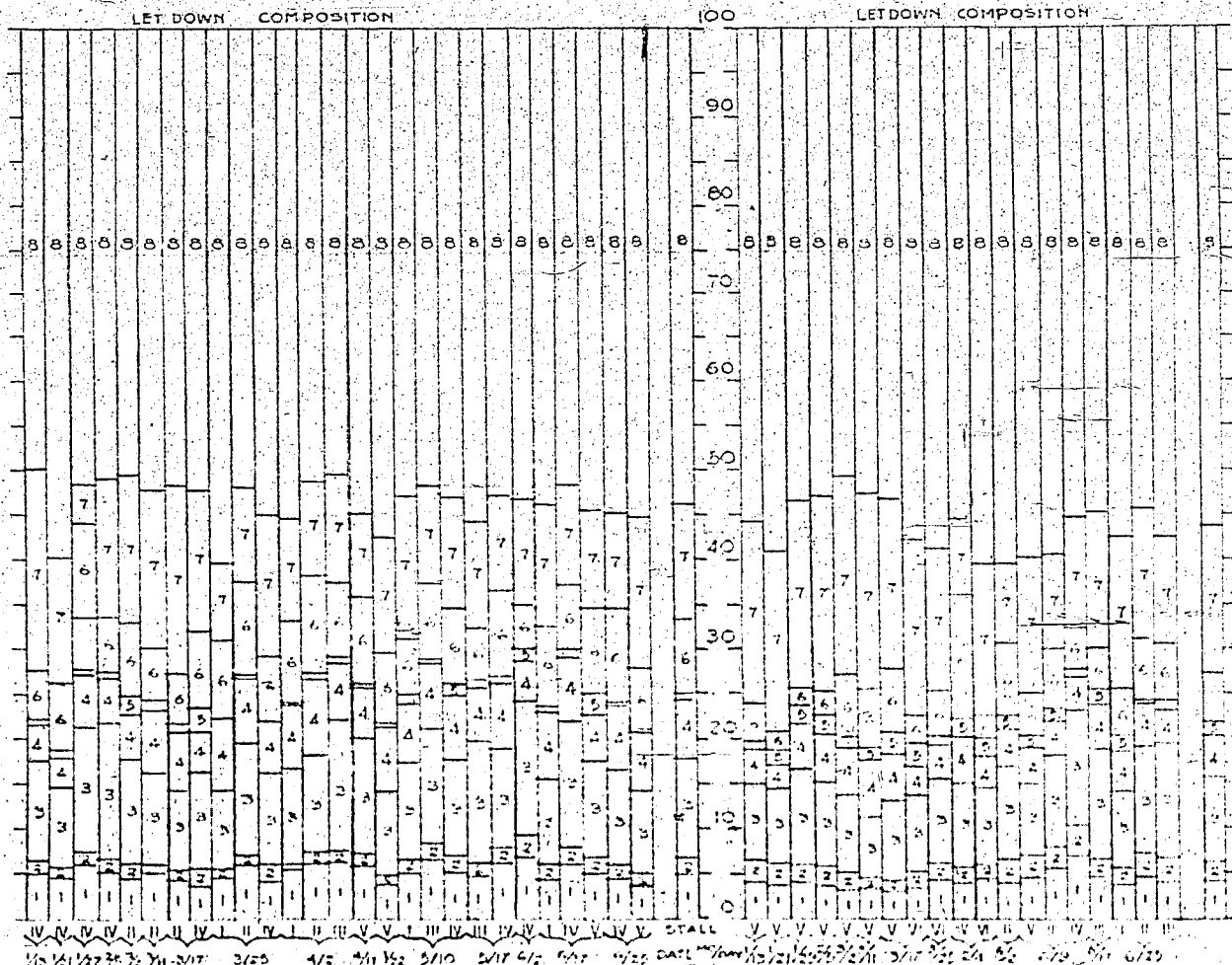
ACID OPERATION

ALKALINE OPERATION



- 1 SALT-FREE ASH
- 2 SALTS IN RAW PRODUCT
- 3 ASH FREE PYRIDINE INSOLUBLE
- 4 ASPHALT
- 5 OIL
- 6 OIL RESIN
- 7 OIL RESIN
- 8 NEUTRAL OIL

7351
FIG. 1



1/13 1/14 1/15 1/16 1/17 1/18 1/19 1/20 1/21 1/22 1/23 1/24 1/25 1/26 1/27 1/28 1/29 1/30 1/31 2/1 2/2 2/3 2/4 2/5 2/6 2/7 2/8 2/9 2/10 2/11 2/12 2/13 2/14 2/15 2/16 2/17 2/18 2/19 2/20 2/21 2/22 2/23 2/24 2/25 2/26 2/27 2/28 2/29 2/30 3/1 3/2 3/3 3/4 3/5 3/6 3/7 3/8 3/9 3/10 3/11 3/12 3/13 3/14 3/15 3/16 3/17 3/18 3/19 3/20 3/21 3/22 3/23 3/24 3/25 3/26 3/27 3/28 3/29 3/30 3/31 4/1 4/2 4/3 4/4 4/5 4/6 4/7 4/8 4/9 4/10 4/11 4/12 4/13 4/14 4/15 4/16 4/17 4/18 4/19 4/20 4/21 4/22 4/23 4/24 4/25 4/26 4/27 4/28 4/29 4/30 5/1 5/2 5/3 5/4 5/5 5/6 5/7 5/8 5/9 5/10 5/11 5/12 5/13 5/14 5/15 5/16 5/17 5/18 5/19 5/20 5/21 5/22 5/23 5/24 5/25 5/26 5/27 5/28 5/29 5/30 5/31 6/1 6/2 6/3 6/4 6/5 6/6 6/7 6/8 6/9 6/10 6/11 6/12 6/13 6/14 6/15 6/16 6/17 6/18 6/19 6/20 6/21 6/22 6/23 6/24 6/25

Holzdruckversuche
Nr. 550

17. Februar 1943 v. Mülling/Hupfer

T-349

K03

L. Ph-73

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pflar

Zur Regeneration von Kohlebrei mit Mittelölverdampfung

Um einen größeren Teil des Kohlebreis durch die Regeneratoren aufzuwärmen zu können, wurde vorgeschlagen, den Brei in Blechhammer durch Zusatz von Mittelöl (von jetzt 45,5 %¹⁾ auf 40 % Festes zu verdünnen und dadurch regenerierbar zu machen, und den Mittelölzusatz in Dampf-form durch einen Abscheider vor dem Ofen vom Kohlebrei wieder zu trennen.

Die anliegende Rechnung zeigt, daß in Blechhammer²⁾ die Breigasmenge von 2,6 cbm/kg R.K. auf maximal 5 - 6,5 cbm erhöht werden müßte, um bei rd. 400°, also oberhalb des Siedungsgebietes, den Mittelölzusatz als Dampf entziehen zu können. Danach müßten dem Kohlebrei wieder rd. 2 cbm Gas/kg R.K. zugesetzt werden, um die projektierten Verhältnisse einzustellen. Die Kreislaufgasmenge würde also um fast 100 % zunehmen, wofür Kreislaufpumpen zusätzlich zu beschaffen wären.

Durch die Erhöhung der Breimenge um 15 % und der Gasmenge um etwa 100 % würde zwar die Zahl der in den Regeneratoren auf das Brei-Gas gesicherten übertragbaren Kalorien abnehmen, doch ist nach Auffassung von Dipl.-Ing. Schappert eine so weitgehende Senkung der Austritts-temperatur für dieses Gas nicht zu erwarten, und sich eine in Blechhammer nicht durchführbare Belastung des Verheizers ergibt.

gez. v. Mülling
gez. Hupfer

1) Vgl. Protokoll der Besprechung der Sachverständigen vom 20.10.1942

Frankfurt-Waldhof

2) Vgl. Protokoll der Besprechung der Sachverständigen

Holz für 2 Stützkäse

Überschlagsmäßige Berechnung der zur Verdampfung des Mittelöls erforderlichen Gasmenge.

Problembestimmung: Es soll berechnet werden, welche Gasmenge erforderlich ist, um bei einer gegebenen Vorheizendtemperatur (die im vorliegenden Fall mit 400° angenommen wird) eine gewünschte Menge Mittelöl aus dem Kohlebrei zu entfernen.

Rechnungsunterlagen: Die Engler-Siedekurve des Mittelöls sieht folgendermaßen aus:

Siedebeginn:	220° C	
- 250°	30	%
- 275°	52,5	%
- 300°	84	%
- 325°	96	%

Der Mittelölgehalt des Ölanteils im verdünnten Kohlebrei beträgt anfänglich etwa 50%. Es wird mangels genauerer Unterlagen angenommen, daß die durch Verdünnung mit schwerer siedenden Anteilen verursachte Erniedrigung des Dampfdruckes des Mittelöls und die durch die Gegenwart von 600 atm H₂-Partialdruck hervorgerufene Erhöhung des Dampfdruckes (Presseffekt) sich gegenseitig etwa aufhebt, das man also so rechnen kann, als ob reines Mittelöl vorläge.

Gang der Rechnung: Es wird zunächst ermittelt, wie sich der Dampfdruck des Mittelöls bei gleichbleibender Temperatur mit zunehmender Verdampfung der leichteren Anteile ändert. Legt man die Verhältnisse der Engler-Destillation zugrunde, so ergibt sich auf Grund der oben angegebenen Engler-Kurve folgendes: Bei 220° erreicht das Mi'öl den Dampfdruck 1 atm; nachdem 30% abdestilliert sind, erreicht das zurückbleibende Öl diesen Dampfdruck bei 250°. Bei 220° hätten die zurückbleibenden 70% des ursprünglichen Öles einen geringeren Dampfdruck, den wir aus einem Dampfdruck-Temperatur-Diagramm entnehmen, das von Wilson u. Bahlke¹⁾ für eine Reihe von n-Paraffinen und Benzol angegeben wurde und das wir auch für unser Öl als zutreffend annehmen. Wir erhalten daraus nach Verdampfen der ersten 30% des Öles für die zurückbleibende Menge einen Dampfdruck von 0,48 atm. Die Anwendung dieses Verfahrens für die gesamte Siedekurve und 400° ergibt die Kurve I für den Abfall des Dampfdruckes mit Zunahme der abgetriebenen Ölmenge.

Man kann nunmehr etwa 10% des verdampfenden Mittelöls einen mittleren Dampfdruck angeben unter der Annahme, daß man für solche kurzen Stücke die Kurvenabschnitte genügend genau durch gerade Linien ersetzen kann. So würden z.B. die ersten 10% bei 400° unter einem mittleren Partialdruck von 16,7 atm verdampfen. Bei einem mittleren Molekulargewicht des Öls von 200 nehmen nach dem Gay-Lussac die ersten 100 g (von 1 kg Anfangsmenge) des Öls unter diesen Bedingungen ein Volumen von

$$V_1 = 22,4 \cdot \frac{100}{200} \cdot \frac{673}{273} \cdot \frac{1}{16,7} = 1,65 \text{ Liter ein.}$$

1) I. A. Eng. Chem. 16, 116, (1924)

In diesen 1,65 Ltr befinden sich nun bei einem H_2 -Partialdruck von 600 atm und einer Kompressibilitätszahl $K = 1,19$

$$V_2 = 600 \cdot 1,18 \cdot 1,65 \cdot \frac{288}{673} = 500 \text{ Ltr Wasserstoff}$$

(Gemessen bei 15° und 1 atm).

Die analoge Rechnung für die weiteren Mittelölanteile ergibt die Kurve 2, in der aufgetragen ist, wieviel Ltr Wasserstoff je kg Mittelöl unter den gegebenen Bedingungen erforderlich sind, um die auf der Abszisse in % aufgetragenen Ölanteile zu verdampfen.

Anhand der Kurve 2 werden die folgenden beiden Fälle betrachtet:

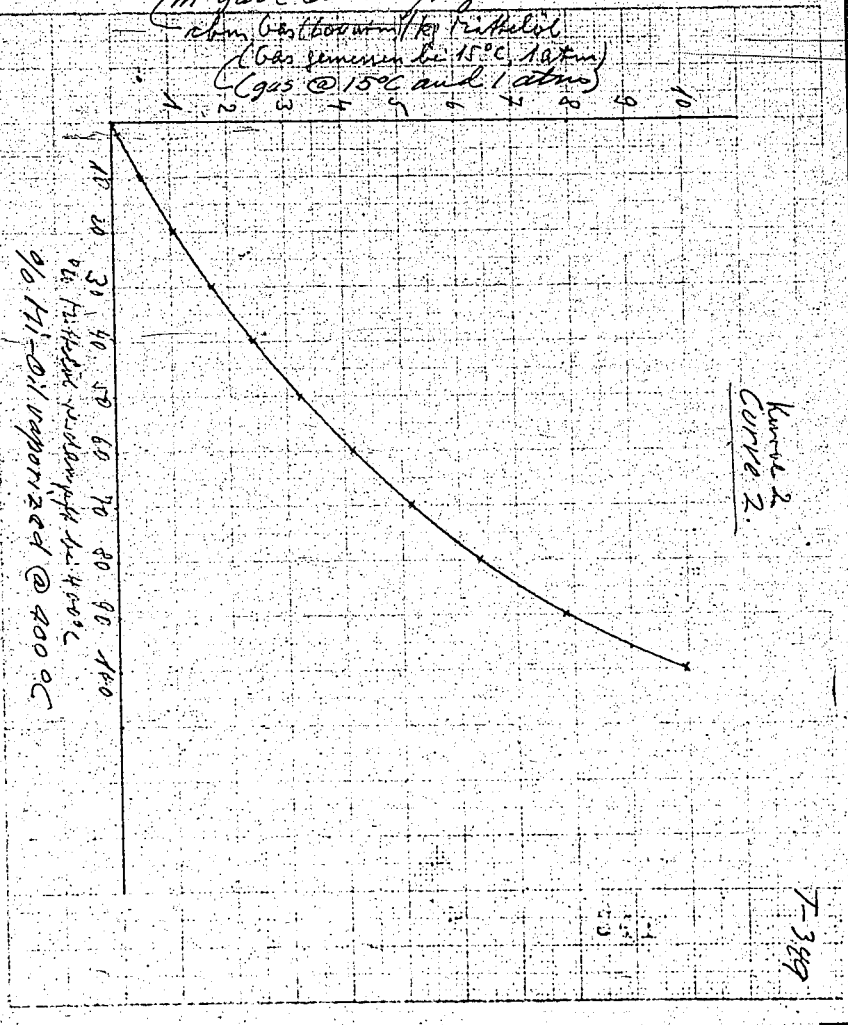
1) Das gesamte Gas, einschließlich des durch den Ofen gehenden, geht durch den Regenerator, hinter dem Regenerator wird so viel Gas abgezogen wie zur Entfernung des zugesetzten Öls erforderlich ist. Da unter den für Blechhammer in Frage kommenden Verhältnissen 62 % des im verdünnten, zur Regeneration gelangenden Kohlebrei enthaltenen Mittelöls vor Eintritt in den Ofen entfernt werden müssen, müssen also mindestens - nämlich wenn das gesamte Mittelöl in Dampfform vorliegt - 62 % des aus dem Regenerator austretenden Gases abgezogen werden. Die Braugasmenge, die zu den Ofen gefahren werden soll, beträgt 2,6 cbm/kg Reinkohle. Da der verdünnte regenerierbare Kohlebrei (40 % Festes) 31 % RK enthält, der Ölanteil 27,3 % Mittelöl, der Gesamtbrei also einen Mittelölgehalt von 16,7 % hat, entspricht diese in den Ofen gelangende Gasmenge 4,9 cbm/kg Mittelöl. Dies wären 58 % der in den Regenerator zu fahrenden Gasmenge; letztere betrüge dann mindestens 12,5 cbm/kg Mittelöl. Bei dieser Gasmenge ist nach den Worten der Kurve 2 das Mittelöl verdunstet. Nimmt man an, daß diese Rechnung zu ungünstig ist, da in Wirklichkeit ja auch bereits Schwarzölanteile verdunstet sein werden, so daß also die in der Dampfphase vorhandene Ölmenge in Wirklichkeit größer als die gesamte Mittelölmenge ist, so wäre also das Resultat etwas zu ungünstig und man könnte die in den Regenerator zu fahrende Gasmenge mit etwa dem 2 - 2,5fachen der in den Ofen fahrenden, also mit 5 - 6,5 cbm Gas/kg Reinkohle ansetzen.

2) Als zweite Möglichkeit betrachtet wir den Fall, daß praktisch das gesamte in den Regenerator gefahrene Gas hinter dem Regenerator wieder abgezogen wird und in den Ofen neues Gas zugesetzt wird. Nach Kurve 2 ist zur Verdampfung von 62 % des Mittelöls 4,9 cbm/kg Mittelöl erforderlich, also 2,4 cbm/kg Reinkohle. Dazu kommen dann 2,8 cbm/kg Reinkohle, die in den Ofen neu zugegeben werden müssen, so daß die gesamte erforderliche Gasmenge ebenfalls in der Gegend von 5 cbm/kg Reinkohle liegen würde.

Man kann also als untersten Grenzwert annehmen, daß die für den Ofeninnung zugegebene Gasmenge bei dieser Fahrweise, ganz gleichgültig, wie die Gasströme geführt werden, etwa das Doppelte betragen muß wie bei der normalen Fahrweise.

ges. Verfallung
ges. Kupfer

$(m^3 \text{ gas @ } 600 \text{ atm / kg Hi-Oil})$
 (Gas measured at 15°C, 1 atm)
 (Gas @ 15°C and 1 atm)

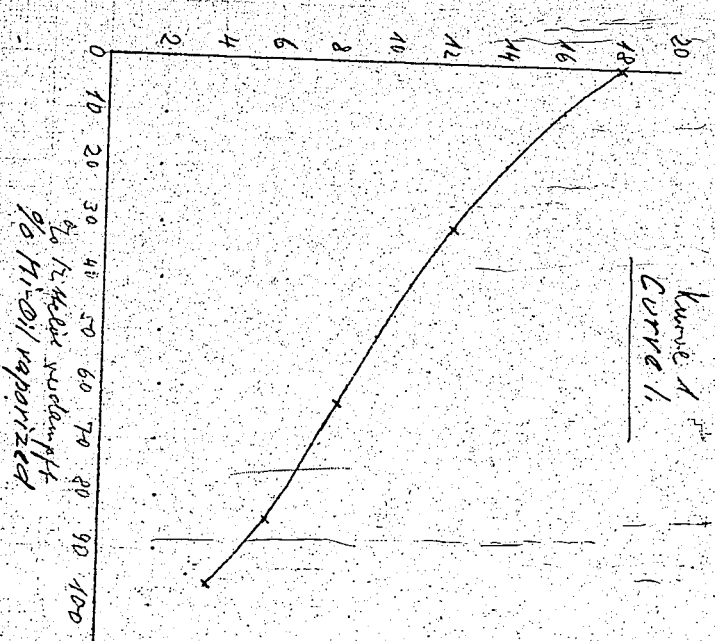


Curve 2.

kg Hi-Oil vaporized @ 400°C
 vs. Hi-Oil vaporized @ 400°C

T-389

aktive Dampfdruck bei 400°C
 active vapor pressure @ 400°C



1/2 1/2 1/2 1/2 1/2
 1/2 1/2 1/2 1/2 1/2
 1/2 1/2 1/2 1/2 1/2
 1/2 1/2 1/2 1/2 1/2

Curve 1
 CORRE 1.

342

T-349

it was
 40% sol
 and the
 a separ

paste
 5.0 to
 or abou
 have to
 In cons
 which w

about
 exchang
 Schapp
 have to
 loaded

The Pr

given
 peratur

KCBraun
5-1-47

Regeneration of Coal Paste by Dilution
with Middle Oil

By von Muffling and Hupfer
Ludwigshafen
17 February 1943

In order to heat a greater portion of the coal in the heat exchangers, it was proposed to dilute the paste at Bleckhammer from the present 45.5% to 40% solids by adding middle oil and thus make it more receptive to heat exchange, and then again remove the added middle oil from the coal paste in vapor form by a separator before the converter.

The attached calculation shows that in Bleckhammer the quantity of paste gas would have to be increased from 2.6 m³/kg pure coal to a maximum of 5.0 to 6.5 m³, in order to remove the added middle oil as vapor at roughly 400°C, or above the swelling range. Accordingly, roughly 2 m³ gas/kg pure coal would have to be added to the coal paste in order to produce the proposed conditions. In consequence, the quantity of circulating gas would almost have to be doubled, which would require additional circulating pumps.

By increasing the quantity of paste by roughly 13% and the gas by about 100%, the number of calories transferred to the paste mixture in the heat exchangers would be increased, to be sure, but in the opinion of Dipl. Ing. Schappert, such a severe drop in the outlet temperature of this mixture would have to be expected that the preheater in Bleckhammer would be unbearably overloaded.

Rough Calculation of the Quantity of Gas Required to
Vaporize the Middle Oil

The Problem:

It is required to compute the quantity of gas necessary to remove a given quantity of middle oil from the coal paste at a given final preheater temperature, assumed to be 400° C in this case.

Basis for Calculations:

The Engler boiling curve of the middle oil looks like this:

Initial boil:	220°C
- 250°	30%
- 275°	62.5%
- 300°	84%
- 325°	96%

342 a

The middle oil content of the oil constituent in the diluted coal paste is about 50% to start. For lack of more accurate data, it is assumed that the decrease in vapor pressure of the middle oil, caused by the dilution with higher boiling constituents, and the increase in vapor pressure (pressure effect) due to the presence of 600 atm. H_2 partial pressure, will about equalize each other, so that we may figure the same as if pure middle oil were present.

Course of the Calculation:

It is first determined how the vapor pressure of the middle oil changes at constant temperature with increasing vaporization of the lighter constituents. If we assume the conditions of the Engler distillation, we get the following, based on the above Engler curve:

At 220° C the middle oil reaches a vapor pressure of 1 atm. After 30% has been distilled off the remaining oil reaches this vapor pressure at 250° C. At 220° C the remaining 70% of the original oil would have a lower vapor pressure, which we take from a vapor pressure-temperature diagram drawn by Wilson and Bahlke for a number of n-paraffins and benzol, and which we also assume to be applicable to our oil. From this we get a vapor pressure of 0.48 atm. for the remaining oil after evaporation of the first 30% of the oil. The application of this process to the entire boiling curve at 400° C is given in Curve I for a decrease in vapor pressure with an increase in the quantity of oil driven off.

We can now give a mean vapor pressure for approximately each 10% of the vaporizing middle oil, under the assumption that for such short pieces the sections of the curve can be replaced by straight lines with sufficient accuracy. For example, the first 10% @ 400° C would vaporize at a mean partial pressure of 16.7 atm. With a mean mol weight of 200 for the oil the first 100 g of the oil (with 1 kg to start) assume a volume under these conditions, according to the gas law, of

$$V_1 = 22.4 \times \frac{100}{200} \times \frac{673}{273} \times \frac{1}{16.7} = 1.65 \text{ Ltr.}$$

The hydrogen contained in these 1.65 Ltr. at an H_2 partial pressure of 600 atm. and a compressibility factor $C = 1.18$,

$$V_2 = 600 \times 1.18 \times 1.65 = \frac{223}{673} = 500 \text{ Ltr.}$$

measured at 15° C and 1 atm.

The analogous calculation for the other middle oils is given in Curve 2, which shows, how many liter H_2 /kg of middle oil are required under the given conditions to vaporize the oil constituents indicated in the abscissa in %.

Consideration of the following two cases is based on Curve 2:

1) - All of the gas, including that going thru the converter, goes thru the heat exchanger. Behind the heat exchanger as much gas is drawn off as is required to remove the added oil. Since under conditions applicable to Blockhardt, 62% of the middle oil contained in the diluted coal paste passing thru the heat exchanger must be removed before entry into the converter, at least 62%, in case all of the middle oil is in vapor form, of the gas leaving

the heat exchanger must be drawn off. The quantity of paste gas to be charged into the converter is $2.6 \text{ m}^3/\text{kg}$ pure coal. Since the diluted coal paste (40% solids) that can be regenerated contains 31% pure coal, the oil constituent (27.8% middle oil, and the entire paste, therefore, has a middle oil content of 16.7%, the quantity of gas going into the converter is equivalent to $4.8 \text{ m}^3/\text{kg}$ middle oil. With this quantity of gas the middle oil is vaporized, according to the values from Curve 2. If we assume that this calculation is too unfavorable, because, in reality, some heavy oil constituents will already be vaporized, so that the quantity of oil present in the vapor phase (Dampfphase) is really greater than the entire middle oil quantity, the result would, therefore, be a little too unfavorable and we could assume the quantity of gas to be run thru the heat exchanger as about 2 to 2.5 times that to be injected into the converter, or 5 to $6.5 \text{ m}^3/\text{kg}$ pure coal.

2) - As a second possibility we may consider the case in which practically all of the gas going into the heat exchanger is drawn off again behind the heat exchanger and new gas is injected into the converter. According to Curve 2, $4.5 \text{ m}^3/\text{kg}$ middle oil is required to vaporize 62% of the middle oil, or $2.4 \text{ m}^3/\text{kg}$ pure coal. To this must be added $2.6 \text{ m}^3/\text{kg}$ pure coal, which must be injected into the converter, so that the entire quantity of gas required will likewise be in the neighborhood of $5 \text{ m}^3/\text{kg}$ pure coal.

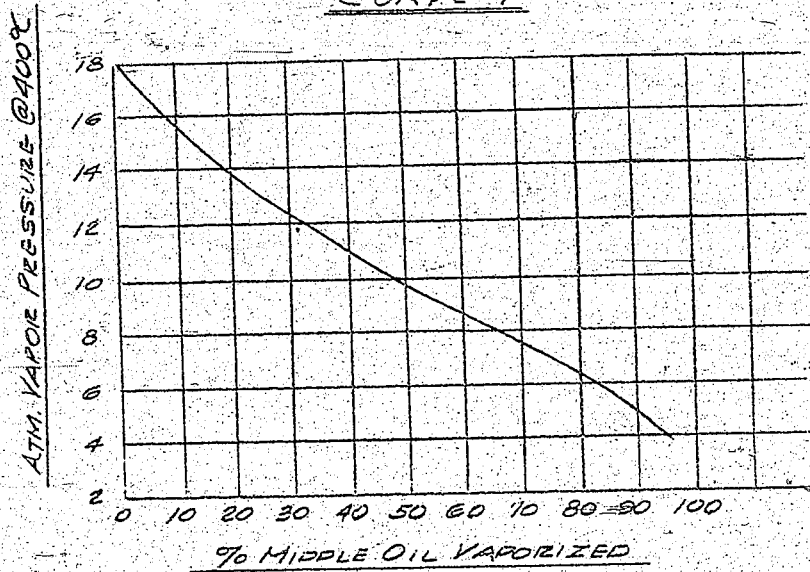
We may, therefore, assume that the minimum amount of gas to be added before the inlet to the converter is about twice as much with this operating method as with the normal operating method, regardless of how the gas streams are run.

/pld

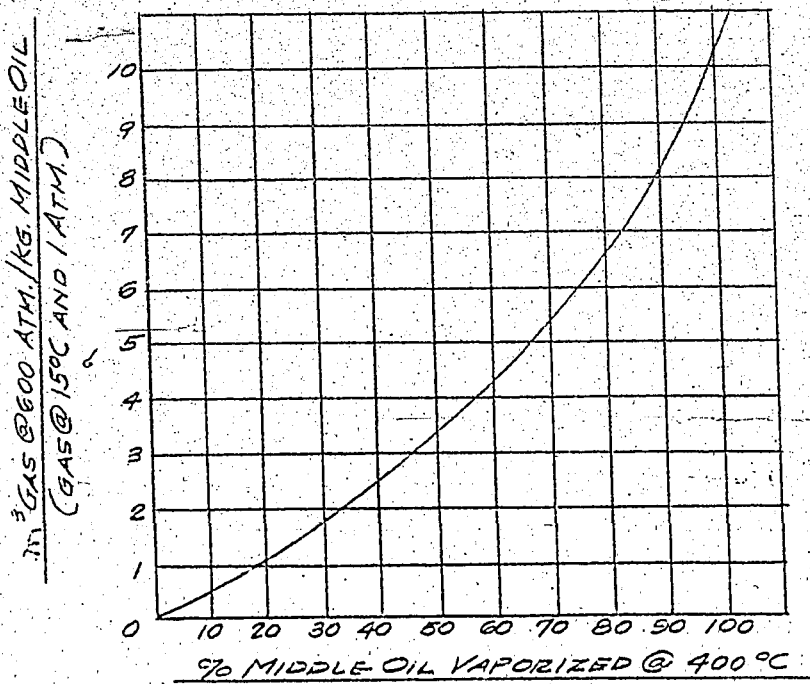
342c

1-349

CURVE 1



CURVE 2



342 d

Vorbehandlung von Steinkohle
(Ältere Versuche)

Das Plastisch-Werden von Kohlebrei in bestimmten Temperaturgebieten, das zu Stauungen im Vorheizgeräten führen kann, ist nur bei Steinkohlen beobachtet worden. Bei Braunkohlen tritt es in der Regel nicht auf. Diese Erscheinung, die als "Quellung" der Kohle bezeichnet und erklärt wird, ist daher in Parallele zu der Volumenzunahme der Kohle beim Verkoken bzw. Verschwelen gesetzt worden, die bei der schmelzenden Steinkohle zu beobachten ist, nicht aber bei der Braunkohle, die einen pulverigen Koks liefert.

- 7 Am Rande sei vermerkt, daß diese Parallelität nicht in allen Fällen besteht. Die französische Kohle Lignite Gardanne, die ihrer Zusammensetzung nach zwischen Stein- und Braunkohle steht, zeigt sehr starke "Quellung" im Vorheizgeräten, obwohl sie einen sandigen Koks ergibt. 1)
- 7 Die im übrigen aber recht häufige Gleichzeitigkeit beider Erscheinungen gab Anlaß dazu, es für möglich zu halten, daß diejenigen Arten der Behandlung der Kohle, die ihre Backfähigkeit vermindern, auch eine Besserung ihres Verhaltens in der Vorheizung bewirken. Da in der Kleinapparatur solche Effekte schwer zu erfassen sind, liegen eindeutige Versuchsergebnisse hierüber nicht vor. Dagegen läßt sich über den Einfluß einer Kohlevorbehandlung auf die Hydrierergebnisse einiges voraussagen.

Im einzelnen ist an folgende Arten der Vorbehandlung gedacht worden:

1) Vorerhitzung.

Ein Einfluss der Vorerhitzung von Braunkohle auf die Druckstauungen im Vorheizgeräten war nicht zu erkennen. 2) Saarkohle Louisenthal, die im N_2 -Strom bei 250 atm 3 Stunden vorerhitzt worden war, ergab im Autoklavenversuch einen besseren Asphaltgehalt und eine niedrigere Vergasung. 3)

2) Anoxydierung.

Die Veränderung der Kohle durch Sauerstoffaufnahme erhöht die Viskosität (drucklos gemessen) des Kohlebreies, während die Vorerhitzung im Vakuum keinen Einfluss zeigt. 4)

- 1) 129811 Krönig vom 7.4.38
2) Zusammenstellung 90094 Krönig v. 25.10.35
3) " 146691 Durian v. 8.6.39
4) Scholten an La. Brief vom 19.7.37

Technisch getrocknete d.h. wohl etwas anoxydierte Saarkohle (Püttlingen) gibt höhere Spaltung und Vergasung und höhere Asphaltwerte¹⁾.

3) Schwefelbehandlung.

Die Backfähigkeit von Saarkohle konnte durch Zugabe von 2,5 % pulverisierten Schwefels und 1/2 stündiges Erhitzen im Schwefelwasserstoffstrom auf 110° herabgesetzt werden, ohne dass sich der Gehalt an Flüchtigen wesentlich vermindert. Bei Erhitzen auf 200-250° fiel der Gehalt an Flüchtigen stark ab.²⁾

> Bei Verwendung im H₂S-Strom getrockneter neutralisierter Saarkohle Louisenthal würde eine leichte, aber tragbare Verschlechterung der Leistung bei etwa gleicher Vergasung beobachtet.³⁾ Allerdings würde gleichzeitig die Rückstandsaufarbeitung durch Aufnahme der sicher ungünstig wirkenden Schleuderöltropfung geändert. Im allgemeinen dürfte von einer Schwefelaufnahme eine mehr oder weniger starke Verbesserung der Resultate zu erwarten sein.

Gen. Hupfer.

- | | | | |
|----|------------------|--------|-------------------|
| 1) | Zusammenstellung | 143771 | Grassl v. 28.3.39 |
| 2) | " | 144971 | Lemme v. 26.4.39 |
| 3) | " | 145468 | Krönig v. 3.5.39 |

Pretreatment of Bituminous Coal
for Hydrogenation
(Older Experiments)

By Hupfer, Ludwigshafen, 29 March 1943

Coal paste becoming plastic within certain temperature limits, which may cause plugging in the preheater tubes, has been observed only with bituminous coal. It does not, as a rule, occur with brown coal. This phenomenon, called "swelling" of coal and explained as such, has, therefore, been placed in parallel to the increase in volume of the coal in coking or carbonization, which has been observed with melting bituminous coal, but not with brown coal, which latter produces a powdered coke.

It may be remarked in passing, that this parallelism does not exist in all cases. The French coal, lignite Gardanne, which is between a bituminous and a brown coal, according to its composition, shows very heavy swelling in the preheater, although it produces a sandy coke.

Otherwise, the very frequent occurrence of both phenomena at the same time caused us to entertain the possibility that those treatments of coal which reduce its baking ability, also improve its behavior in the preheater. Since such effects are difficult to measure with small apparatus, unequivocal results of experiments are not available. However, certain predictions may be made about the influence of a pretreatment of coal for hydrogenation.

The following kinds of pretreatments have been considered:

1) - Preheating.

An influence of preheating of Brassert coal on the pressure plugging of the preheater could not be detected. Saar coal Louisenthal, which was preheated in an H_2 -stream @ 250 atm for 3 hours, produced a better asphalt content and lower gasification in an autoclave experiment.

2) - Anoxidation.

The change in the coal by the absorption of oxygen increases the viscosity of the coal paste, measured without pressure, while preheating in vacuum has no effect. Commercially dried Saar coal (Pittlingen), i.e. possibly anoxidized to some extent, produces increased splitting and gasification and higher asphalt content.

3) - Sulfur Treatment.

The baking ability of Saar coal could be destroyed by the addition of 2.5% pulverized sulfur and heating to 110°C for 1-1/2 hours in a stream of H_2S , without appreciably diminishing the volatile content. On heating to 200-250°C the volatile content dropped sharply.

When neutralized Saar coal Louisenthal, dried in an H_2S -stream, is used, a slight but bearable deterioration of the yield with about equal gasification would be observed. To be sure, the processing of the residue would be changed at the same time by the absorption of the centrifuge oil topping with its certainly unfavorable effect. In general, a more or less distinct improvement might be expected from an absorption of sulfur.

Über die Grenzen von Festen und Asphalt
bei geringem Wasserstoffangebot in der Sumpffphase

(Referat gehalten im Kolloquium am 12.X.1942)

Die Berechnung des Abbaues und der Übilanz in der Sumpffphase erfolgt auf Grund von Festbestimmungen in den Hydrierprodukten. Zur Festbestimmung können verschiedene Lösungsmittel herangezogen werden, welche im allgemeinen verschiedene Werte geben. Es ergibt sich damit die Frage, welches Lösungsmittel für Festbestimmungen gewählt werden muß.

Tabelle I

Unlöslich in Festen	Benzol	Py	Py CS ₂	Anreibe- Mittelöl
Abschlamm Gelsenberg	21,5	18,9	19,5	-
Abschlamm Scholven	30 0	21,2	18,5	-
Abschlamm Extraktion Lu 700 atm	9,8	-	-	6,9
Abschlamm Extraktion Lu 300 atm	21,3	-	-	11,8

Von dem zu wählenden Lösungsmittel müssen folgende Eigenschaften verlangt werden:

1) Das Lösungsmittel muß sich bezüglich seines Lösungsvermögens möglichst ebenso verhalten wie das Anreibeöl, in dem die Kohle angemischt bzw. in dem die Hydrierückstände z.B. durch Schlemmern oder Filtrieren aufgearbeitet werden.

2) Das Lösungsmittel darf unter den Bedingungen der Analyse von der Kohlesubstanz selbst nichts oder nur sehr wenig lösen.

3) Das Lösungsmittel muß die bei der Hydrierung entstehenden Asphalte und Harze gut lösen und darf auf keinen Fall Asphalte oder Harze ausfällen und dadurch zu hohe Festwerte vortäuschen.

Alle diese Bedingungen werden natürlich von dem in Kreislauf gehenden Anreibeöl selbst am besten erfüllt. Dieses Öl kommt jedoch in den meisten Fällen wegen seiner hohen Siedekurve für Analysen nicht in Frage. Man hat deshalb für die Laboratoriumsanalysen Lösungsmittel vorgeschlagen, welche leicht verdampfbar sind und bezüglich Lösungsvermögen dem Anreibeöl möglichst gleichkommen.

Das am häufigsten verwendete Lösungsmittel ist das Benzol.

Wie die Beobachtung der Tabelle I zeigt, ist für gute Hydrierbedingungen, wie z.B. dem Fahren auf Benzin und Mittelöl bei 700 atm ein nur geringer Unterschied zwischen den verschiedenen Lösungsmitteln, es ist daraus zu schließen, daß das Benzol hier dem Lösungsvermögen des Anreiböls selber sehr nahe kommt und also richtige Abbauwerte gibt.

Die Sachlage wird sofort anders, wenn schlechtere Hydrierbedingungen angewendet werden. Z.B. bei der 300 atm-Fahrweise auf Benzin + Mittelöl geben verschiedene Lösungsmittel wesentlich verschiedene Festwerte und damit verschiedene Abbauten. Benzol gibt beim Schmelzen Abschlamm einen verhältnismäßig hohen Festwert gegenüber z.B. dem besseren Asphalt und Harzlöser Pyridin. Deshalb ist hier bereits zu überlegen, ob mit Benzol nicht zu schlechte Abbauwerte vorgetäuscht werden als das arbeitsgemäße Anreiböl ergeben würde.

Bei noch ungünstigeren Hydrierbedingungen wie bei der Extraktion unter Wasserstoffzugabe muß nach unseren Ergebnissen mit Sicherheit das Benzol für die Festbestimmung abgelehnt werden. Hier wird als Anreiböl und Verdünnungsmittel bei der Abschlammfiltration Rückführmittelöl aus dem Prozeß selbst genommen. Wie die Tabelle zeigt, ist ein wesentlich höherer Teil des anfallenden Abschlamms in Mittelöl löslich als in Benzol, und zwar tritt dies besonders bei der 300 atm Extraktion, also bei den schlechtesten Hydrierbedingungen hervor. Würde hier der Abbau auf Grund des Benzol-unlöslichen errechnet, so würde ein Abbauwert erhalten, der viel schlechter wäre, als die praktische Aufarbeitung durch Filtration im Rückführmittelöl ergeben würde.

Es muß daraus geschlossen werden, daß bei schlechten Hydrierbedingungen Stoffe entstehen, welche durch Benzol gefällt werden. Bei guten Hydrierbedingungen entstehen solche Stoffe nicht bzw. sie entstehen anfangs als erste Stufe und werden anschließend durch weitere Hydrierung so verändert, daß sie ihre Benzolunlöslichkeit verlieren.

Für den Fall der Extraktion unter Wasserstoffzugabe bei 300 atm von Oberschlesischer Kohle liegen einige Zahlen vor, welche nähere Schlüsse auf die Eigenschaften dieser benzolunlöslichen Stoffe zulassen.

In Tabelle II ist die Elementaranalyse von Benzolfestem und Mittellofestem enthalten.

Tabelle II

Reinprobe	Benzolfestes	Mittellofestes	im Mittelöl löslicher und im Benzol unlöslicher Differenzkörper (errechnet)
% C	88,75	91,29	86,30
H	3,70	3,77	3,63
O	4,26	1,26	7,12
N	1,52	1,59	1,45
S fl.	1,79	2,09	1,50

Der in Benzol unlösliche und in Mittelöl lösliche Körper weist bemerkenswert hohen Sauerstoffgehalt auf. Eine mit diesem Körper nach Suida und Motz durchgeführte Asphaltzerlegung ergab folgendes Resultat:

24,1 % Hartasphalt + Carbene
 23,8 % Asphaltharz
 35,6 % Ölharz
 16,0 % Öl.

Es handelt sich bei diesem Mittelöl-löslichen und mit Benzol-fällbaren Körper also im Wesentlichen um Harze.

Die bei den einzelnen Extraktionsverfahren auftretenden Bitumina enthalten diese Harze nun in mehr oder minder größerer Menge. Unter Bitumen wird dabei das vom Mittelöl befreite Filtrat aus dem Extraktionsanfall verstanden. Diese Bitumina sind Mittelöl-löslich und haben also als abgebaut zu gelten.

Tabelle III zeigt nun Analysen verschiedener Bitumina, bei denen einerseits eine Zerlegung mit Benzol und Normalbenzin (Benzol-festes und α -Asphalt) und andererseits Asphaltzerlegungen nach Suida-Motz-Lemme (Hartasphalte, Asphaltharze, Ölharze und Öl) durchgeführt wurden.

Tabelle III

Art des Bitumens	Welheim Bitumen	Bitumen Extraktion Lu 300 atm	Bitumen Extraktion Lu 500 atm	Bitumen Extraktion Lu 700 atm
% 1. Benzol-unlöslich (Benzolfestes)	62,0	28,5	21,2	9,2
% 1. Benzol löslich (α -As-Benzin unlöslich phalt)	18,4	24,1	24,8	26,0
% Benzol und Benzin-lösliches (Öl)	19,6	47,4	54,0	64,8
% Hartasphalt und Carbene	60,5	26,1	13,7	7,2
% Asphaltharz	5,5	11,1	3,0	6,1
% Ölharz	23,0	26,3	34,0	67,2
% Öl	10,5	36,5	49,2	19,5

In der Tabelle sind die Produkte so angeordnet, daß von links nach rechts die Hydrierbedingungen verbessert werden. Welheim arbeitet bei 100-150 atm ohne gasförmigen Wasserstoff allein mit wasserstoffabgebenden Mittelölen. Bei den Extraktionsversuchen in Ludwigshafen weist der 300 atm-Versuch mit Zugabe von Wasserstoff gegen Welheim bereits wesentlich bessere Hydrier- und Spaltbedingungen auf, bei den Drucken 500 und 700 atm ist dies in noch höherem Maße der Fall.

Die Tabelle zeigt sowohl hinsichtlich der Zerlegung mit Benzol und Benzin, wie auch nach Suida-Motz-Lemme eine Abhängigkeit der Bitumenbestandteile vom Grade der Aufhydrierungsbedingungen. In dem am wenigsten hydrierten und gespaltenen Welheimbitumen sind 62 % Benzol-unlösliche Stoffe, bei 700 atm Extraktion nur mehr 9 %. Der α -Asphalt nimmt gegen schärfere Hydrierung hier etwas zu.

Nach Suida und Motz-Lemme werden in Welheim Bitumen große Mengen Hartasphalte gefunden, die in Richtung zur 700 atm-Extraktion immer mehr abnehmen, während die Asphaltharze kaum eine Mengenverschiebung zeigen.

Die Charakterisierung der Bitumina wie auch der angewendeten Hydrierbedingungen kann also sehr wohl über die Asphaltzerlegungsmethode Suida und Motz, wie auch über die Trennung mit Anreibeöl, Benzol und Benzin vorgenommen werden. Das angeführte Beispiel gibt einen Hinweis dafür, daß ein Vergleich der Festbestimmung mit Anreibeöl (z.B. Stumpfmittelöl) mit der Benzolfestbestimmung eventuell als Merkmal für die gut oder schlecht gewählten Hydrierbedingungen verwendet werden könnte.

Denn es ist sehr wohl möglich, daß das Auftreten benzolunlöslicher Ölanteile bei der Kohlehydrierung immer dann erfolgt, wenn unvollständig oder schlecht hydriert wird.

Eine Parallele zur Steinkohlehydrierung bietet in dieser Beziehung auch die Verkokung und Verschelung der Kohle. Kochtemperaturpeche und Hydrierprodukte daraus enthalten ebenfalls benzolunlösliche Körper, ebenso Schwelteere aus Steinkohlen. In den Spülgasteeen z.B. sind die sogenannten roten Harze benzolunlöslich. Diese Harze werden bei der Heizflächenverschmelzung weitgehend durch Krackung zerstört. Man weiß von diesen Harzen, daß sie zum größten Teil aus ungesättigten Kohlenwasserstoffen bestehen, instabil und sehr temperaturempfindlich sind. Es liegt der Gedanke nahe, daß es sich bei diesen mit Benzol fällbaren Stoffen sowohl bei der Hydrierung als auch bei der Schwelung um primäre Zersetzungsprodukte des Kohlebitumens handelt, die erst durch weitere Hydrierung bzw. Krackung benzollöslich werden.

gez. Rank

The Limits of Solids and Asphalt
With Low H₂ Supply in Liquid Phase.

By Rank, Ludwigshafen, 12 October 1942

The calculation of conversion and oil balance in the liquid phase is based on the determination of solids in the products of hydrogenation. A number of solvents may be used for the determination of solids, which, in general, will give different values. The question, therefore, arises, which solvent to choose for the determination of solids.

Table I

Insoluble in Solids	Benzol	Py	Py;CS ₂	Pasting Ni-Oil
H.O.L.D. Gelsenberg	21.5	18.9	19.5	--
" Scholven	30.0	21.2	18.5	--
" Extraction Lu 700 atm	9.8	--	--	6.9
" Extraction Lu 300 atm	21.3	--	--	11.8

The solvents chosen must have the following properties:

- 1) The behavior of the solvent with respect to its solvent properties must be similar to pasting oil in which the coal is pasted or in which the hydrogenation residua are processed, e.g. by centrifuging or filtration.
- 2) The solvent may not dissolve anything, or only very little, of the coal substance proper under the conditions of the analysis.
- 3) The solvent must well dissolve the asphalts and resins obtained in hydrogenation. It must not precipitate asphalts or resins in any case and thus simulate too high solids content.

All of these conditions are naturally met best by the circulating pasting oil. However, this oil can normally not be considered for analysis because of its high boiling curve. For this reason, solvents have been proposed for the laboratory analyses, which are easily evaporated and resemble the pasting oil most closely in their solvent properties.

The solvent used most is benzol.

As may be seen from Table I, there is very little difference between the various solvents for good hydrogenation conditions, such as running to gasoline and middle oil @ 700 atm. From this we may conclude that benzol here very closely approaches the pasting oil itself in its solvent properties and will, therefore, give true conversion values.

However, conditions change as soon as different hydrogenation conditions are employed. For example, when operating @ 300 atm to gasoline and middle oil different solvents will give appreciably different values for solids and consequently different conversions. Benzol will give a comparatively high solids value for Scholven H.O.L.D., compared to pyridine, which dissolves asphalt and resin more readily. We must, therefore, ask ourselves if benzol does not simulate lower conversion values than the related (arteigen) pasting oil would give.

With still more unfavorable hydrogenation conditions, such as extraction with H₂ addition, benzol can most certainly not be used, from our experiences. In this case, reflux middle oil from the process itself is used as pasting oil and thinning oil in let-down filtration. As shown in the table, an appreciably greater portion of the letdown obtained is soluble in middle oil than in benzol. This is particularly noticeable in 300 atm extraction, i.e. the worst hydrogenation conditions. If conversion here were calculated on the basis of the benzol insoluble, a value much lower than that obtained in the practical processing by filtration in reflux middle oil would be obtained.

From this, it must be concluded that with poor hydrogenation conditions substances are formed which are precipitated by benzol. With good hydrogenation conditions such substances are not formed, or they are formed in the initial stages and are subsequently changed by further hydrogenation so that they lose their benzol-insolubility.

For the extraction of Upper Silesian coal with H₂ addition @ 300 atm, some figures are available which permit more definite conclusions about the properties of these benzol-insoluble substances.

Table II shows the elementary analysis of benzol solids and middle oil solids.

Table II

	Benzol Solids	Mi-Oil Solids	Calculated differential substance soluble in Mi-Oil and insoluble in Benzol
% C	88.73	91.29	86.50
H	3.70	3.77	3.63
O	4.26	1.26	7.12
N	1.52	1.59	1.45
S (org)	1.79	2.09	1.50

The substance insoluble in benzol and soluble in middle oil shows a remarkably high oxygen content. An asphalt decomposition conducted by Suida and Motz with this substance gave the following results:

- 24.1% hard asphalt & carbene,
- 23.8% asphalt resin,
- 35.6% oil resin,
- 16.0% oil.

We are here concerned with a substance soluble in middle oil and precipitable in benzol, i.e. primarily resin.

The bitumina occurring in the various extraction processes contain these resins in greater or lesser quantity. By bitumen we

3486

mean the filtrate freed of middle oil obtained in the extraction. These bitumina are soluble in middle oil and must be considered converted.

Table III shows analyses of various bitumina, which, on the one hand, have been subjected to decomposition with benzol and standard gasoline (benzol-soluble and s-asphalt) and on the other, to asphalt decomposition according to Suida-Motz-Lemme (hard asphalts, asphalt resins, oil resins and oil).

Table III

Kind of Bitumen	Welheim	Bitumen	Bitumen	Bitumen
	Bitumen	Extraction Lu. 300 atm	Extraction Lu. 500 atm	Extraction Lu. 700 atm
% insoluble in benzol (benzol solids)	62.0	28.5	21.2	9.2
% soluble in benzol (s-asph.) insoluble in gasoline	18.4	24.1	24.8	26.0
% soluble in benzol and gasoline (oil)	19.6	47.4	54.0	64.8
% hard asphalt & carbene	60.5	26.1	13.7	7.2
% asphalt resin	5.5	11.1	3.0	6.1
% oil resin	23.0	26.3	34.0	67.2
% oil	10.5	36.5	49.2	19.5

The products are so arranged in the table that the hydrogenation conditions are improved from left to right. Welheim operates only with middle oils giving off hydrogen @ 100-150 atm without gaseous hydrogen. In the extraction experiments in Ludwigshafen, the 300 atm experiment with the addition of hydrogen already shows considerably better hydrogenation and splitting conditions than Welheim, at the higher pressures even more so.

The table indicates a dependence of the bitumen constituents on the degree of hydrogenation (Aufhydrierungsbedingungen) with respect to decomposition with benzol and gasoline as well as according to Suida-Motz-Lemme. In the Welheim bitumen, least hydrogenated and split, 62% are benzol-insoluble substances, in 700 atm extraction only 9%. The s-asphalt is somewhat increased here, due to increased hydrogenation.

According to Suida and Motz-Lemme large quantities of hard asphalts are found in the Welheim bitumen, which constantly decrease towards the 700 atm extraction, while the asphalt resins hardly show any change.

The characterization of the bitumina as well as the hydrogenation conditions employed can, therefore, very well be done by means of the asphalt decomposition method of Suida and Motz, as well as by means of the separation with pasting oil, benzol and gasoline. The given example indicates that a comparison of the determination of solids with pasting oil, e.g. liquid phase middle oil, with the benzol solids determination could eventually be used as a criterion for well or poorly chosen hydrogenation conditions, because it is easily possible that the occurrence of benzol insoluble oil constituents in coal hydrogenation is always connected with incomplete or poor hydrogenation.

A parallel to bituminous coal hydrogenation is also offered in this connection by the coking and carbonization (L.T.C.) of coal. High 348c

temperature pitches and products of hydrogenation from them also contain benzol insoluble substances, as do L.T.C. tars from bit. coal. In the flushing gas tars, e.g. the so-called red resins are insoluble in benzol. These resins are largely destroyed by cracking in heating surface carbonization. It is known that these resins consist largely of unsaturated hydrocarbons, are unstable and very sensitive to temperature. It is thought that these substances, precipitable with benzol, are primarily products of the decomposition of coal bitumina, in hydrogenation as well as in carbonization, which become soluble in benzol only by further hydrogenation or cracking.

/fkp

348d

D.54,294.

T-343

Herrn

Dir. Dr. P i e r .

Hochdruckversuche Lu 558.

L.P. 76

TB/N-Bg/allg. 13.6.1942/Schr.

Ersatz des Kaltgases durch K hl l.

In Wesseling ist f r die Kohlekammern das Kaltgas durch K hl l (Abstr. Schwer l) ersetzt worden, wodurch die Kaviarbildung wenn vielleicht nicht ganz vermieden so doch stark zur ckgedr ngt wurde. Von den Wesselingern Herren (Dr. Peukert) wurde als weiterer Vorteil des Kalt ls hervorgehoben, dass das Kalt l einen namhaften Wascheffekt h tte und somit die Kreislaufgaswaschung stark entlaste.

Das totale Abgehen vom Kaltgas und der Ersatz des Kaltgases durch  l bringt jedoch auch einen Nachteil mit, auf den hier kurz hingewiesen werden soll:

Bei der Fahrweise mit Kaltgas wird der H₂-Verbrauch jedes Ofens durch das Kaltgas mehr als gedeckt. Nur durch die Vergasung (C₁ H₄ u.s.w.) wird der H₂-Partialdruck in den nachfolgenden Ofen jeweils etwas gedr ckt, da Ofeneingangsgas und Kaltgas die gleiche Zusammensetzung haben.

Bei der Fahrweise mit Kalt l jedoch wird nicht nur der H₂-Verbrauch jedes Ofens dem Eingangsgas entzogen, sondern auch die Vergasung dr ckt den H₂-Partialdruck verst rkt zur ck, da ja insgesamt weniger H₂ die Ofen passiert.

So liegen beim Vlldurchsatz in Wesseling die Verh ltnisse folgenderma en:

	Breidurchsatz/Kammer darin Reinkohle etwa	45,2 t/h 17,0 t/h	
Eingangsgas (in Ofen I)	30 000		50 000 m ³ /h
darin H ₂ (80 %)	24 000		40 000 "
" Verunreinigungen (20 %)	6 000		10 000 "
H ₂ -Verbrauch/Kammer		17 000	
verbl. H ₂ im letzten Ofen	7 000		23 000 "
Verunreinigungen im letzten Ofen	9 000		13 000 "
Gasmenge im letzten Ofen	16 000		36 000 "
H ₂ -Partialdruck im letzten Ofen (bei 670 at Gesamtdruck)	290		430 at.

Man ersieht, dass auch bei einer Eingangsgasmenge von 50 000 m³/h der H₂-Partialdruck im letzten Ofen nur bei 430 at liegt. Da diese Gasmenge f r den Vorheizler zu gro e Geschwindigkeiten erg be, m sste ein Teil vorgew rmt dem Ofen I direkt zugegeben werden. (Fahrweise Leuna).

Herrn Dir. Dr. Pier.
Hochdruckversuche Lu 558.

TB/N-Bg/allg.

13.6.42

- 2 -

Eine Möglichkeit die H_2 -Partialdruckverhältnisse zu bessern bestünde nun darin

- a) Entweder nur den gefährdeten Öfen I u. II Kaltgas zu geben, bei den übrigen jedoch Kaltgas zu belassen.
- b) oder aber Kaltöl und Kaltgas gleichzeitig anzuwenden, wobei die Grundlast unregelt das Kaltöl übernimmt die Spitzenregelung dagegen das Kaltgas, wobei u.U. das Kaltgas so weit vorgewärmt wird, dass schädliche Unterkühlungen vermieden werden.

Wagner

309

350

KCBraun
4-25-47

Substituting Cooling Oil for Cold Gas
Dr. Pier's Files, 13 June 1942

Cooling oil (catenpot heavy oil) was substituted for cold gas in the coal stalls at Wesseling, whereby the formation of caviar was greatly reduced though not quite entirely eliminated. Dr. Peukert of Wesseling mentioned this further advantage of cold oil over cold gas, that the cold oil has a notable wash-effect and thus greatly relieves the circulating gas washing.

However, the complete elimination of cold gas and its replacement by cold oil also has one disadvantage, briefly mentioned here:

When operating with cold gas the H_2 -consumption of each converter is more than covered by the cold gas. The H_2 -partial pressure in the following converters is somewhat lowered only by gasification (C_1H_4 , etc.), because converter input gas and cold gas have the same composition.

When operating with cold oil, however, not only is the input gas reduced by the H_2 -consumption of each converter, but gasification also sharply depresses the H_2 -partial pressure, since less H_2 passes thru the converters in total.

With full thruput conditions in Wesseling are the following:

Paste thruput/stall		45.2 t/h	
of which pure coal, about		17.0 t/h	
Input gas (Converter I)	30000		50000 m ³ /h
of which H_2 (80%)	24000		40000 "
" " pollutions (20%)	6000		10000 "
H_2 -consumption/stall		17000	
H_2 remaining in last conv.	7000		23000 "
Pollutions in last converter	9000		13000 "
Total gas in last converter	16000		36000 "
H_2 -partial press. in last conv.	290		430 atm
(@670 atm total press.)			

It is apparent that even with a gas input of 50000 m³/h, the H_2 -partial pressure in the last converter is only 430 atm. Since this quantity of gas would give too high velocities in the preheater, part of it would have to be added, preheated, to converter I directly, as done at Leuna.

One possibility to improve the H_2 -partial pressure would be:

- a) either to inject cold oil only into the endangered converters I and II, but to leave the cold gas on the other converters,
- b) or to use cold oil and cold gas at the same time, in which case the cold oil takes the basic load, unregulated, while the cold gas regulates the peaks. The cold gas here must be sufficiently preheated to prevent any harmful, excessive cooling.

/fkp

350a

L.P.M. 27 - 7-337

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

28. Januar 1942 Ia/Eb

Hochdruckversuche
Lu 558

Bericht über Entaschungsversuche
an Brüxer Teer.

Brüxer Teer (P 1397 original) hat einen Aschegehalt von 0,05 bis 0,065 %. Die Möglichkeit einer Abscheidung eventuell gelöster Aschebestandteile beim Fahren im Ofen gab den Anlaß, Entaschungsversuche anzustellen.

Dies wurde auf chemische und physikalisch-chemische Weise zu erreichen versucht.

1. Chemische Entaschung.

Da es sich bei eventuell gelöster Asche um Eisen- vielleicht auch Zinkphenolat handeln könnte, wurde der Teer mit einer 2%igen wässrigen Lösung von Ammoniumbikarbonat und Ammonsulfid zu gleichen Teilen bei ca. 60°C mehrere Stunden intensiv verrührt, darauf von der wässrigen Phase getrennt und durch Rühren bei 105°C von noch anhaftendem Wasser befreit. Hierauf wurde bei 100°C zweimal filtriert. Das von Feststoffen praktisch freie Filtrat zeigte praktisch keine Veränderung des Aschegehaltes, eher eine allerdings im Bereich der Fehlergrenze liegende Erhöhung. (0,075 %)

2. Physikalisch-chemische Entaschung.

Hier wurde versucht mit Adsorbentien einen Effekt zu erreichen. Es wurde einmal 1/2 % Grude Charge 12 und dann 1/2 % Terrana 1 Stunde bei 100°C mit dem Teer verrührt und hierauf zweimal filtriert. Auch hier zeigten die Filtrate praktisch keine Veränderungen im Aschegehalt. (mit Grude 0,06 % Terrana 0,1%)

Offenbar reichen beide Methoden unter den gewählten Bedingungen nicht aus zur Entaschung; möglicherweise würde eine Behandlung auf oben angegebener Weise unter Druck zum Ziele führen.

Interessant waren in diesem Zusammenhang die mikroskopischen Untersuchungen. Während der Originalteer sehr reichlich lockenbildung und keine Festbestandteile aufweist, zeigen die Filtrate

748/11

praktisch kein Festes mehr. Bemerkenswert ist ferner, daß bei den behandelten Teeren auf Zusatz von Benzol die Ausscheidung asphaltischer Stoffe erhöht ist gegenüber unbehandelten. Das Benzolfeste des Originalteers beträgt 2 %; das mit Ammonbikarbonat/sulfid behandelte 4,5 %, das mit Terrana behandelte 4,3 % und das mit Grude behandelte 2,6 %. Trotz dieser "Feststoffgehalte" sind die Gesamtschewerte praktisch gleich. Auch die starken Flocken des Originalteers sind offenbar asphaltischer Natur, da auch sie keine Erhöhung des Aschegehaltes hervorrufen.

gez. Lemma

De-ashing Experiments on Brück Tar

(See also T-204)

By Lemme, Ludwigshafen
28 January 1942

Brück tar (P 1397 original) has an ash content 0.05 to 0.065%. The possibility of an eventual separation of dissolved ash constituents in converter operation impelled us to experiment on separating the ash. We tried to accomplish this by chemical and physico-chemical means.

1) Chemical Deashing

Because we might have to deal with iron or possibly zinc-phenolate in case the ash was dissolved, the tar was intensively agitated for several hours with a 2% aqueous solution of equal parts of ammonium bicarbonate and ammonium sulfide @ about 60°C, then separated from the aqueous phase and freed of the adhering water by stirring @ 105°C. It was then filtered twice @ 100°C. The filtrate, practically free of solids, showed practically no change in its ash content, rather slight increase to 0.075%, which, however, is within the range of possible errors.

2) Physico-Chemical Deashing.

Here we tried to obtain some effect by means of adsorbents. In one case, 1/2% Grude, charge 12, (carbonization coke) was stirred with the tar @ 100°C and then filtered twice. In another case, the tar was similarly treated with 1/2% terrana. Here, also, the filtrates showed practically no change in ash content, 0.06% with Grude, 0.1% with terrana.

Apparently, both methods were inadequate to effect a deashing under the given conditions. Possibly similar treatments under pressure might be more successful. The microscopical examinations were very interesting. While the original tar shows a copious flake formation and no solid constituents, the filtrates show practically no solids (?). It is further remarkable that in the tars treated the addition of benzol improved the separation of asphaltic substances, as compared with the untreated. The original tar contains 2% benzol solids, that treated with ammonium carbonate or sulfide 4.5%, that treated with Terrana 2.3%, and that treated with Grude 2.6%. In spite of these solids contents, the total ash values are practically the same. The copious flakes in the original tar are likewise of apparently asphaltic nature, since they do not increase the ash content either.

Nr. 1864.

Ludwigshafen, den 12.3.1943/Schr.

Besprechungsbericht

Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Tag der Besprechung: 4. März 1943
Ort: I.G.Lu

Anwesend die Herren:

von Hydrierwerk Pölitz: Dr. Benke
Dr. Steffen
von I.G.Lu: Dr. Surian teilweise
Dr. Donath nachmittags
O.I. Berger
D.I. Schappert teilweise
D.I. Sittig
I. Neumann
I. Bastian.

Betr.: Besuch der Pölitzer Herren Dr. Steffen u. Dr. Benke
am 4. März 1943.

Regulierventile.

Pölitz wünscht bessere Reguliermöglichkeit am Gaseingangventil zur Kammer zwecks Druckerhöhung für die Kaltgaszuteilung. Sisher vorgesehenes Hauptventil 80 Ø, Umgang 30 Ø. ES schlägt vor 45 Ø, " 15 Ø. I.G. hält es für zweckmäßiger Regulierventile mit Regulierschwanz einzubauen. Zwecks Selbstherstellung (für NW 30) erhält Pölitz die Zeichnung N 5715-8 und N 5715-16. I.G. Lu setzt sich sofort mit den Lieferanten der Ventile NW 80 in Verbindung wegen Überlassung von Ausführungszeichnungen. (Sittig). Auch die 30er Kaltgasventile wären eventl. mit Regulierschwanz auszurüsten. Pölitz hält bezüglich der Luftventile (NW-16) einen Regulierkegel nicht für notwendig.

Austausch Ofen 5 gegen Ofen 3.

Um ein Vertauschen der verschiedenen langen Ofen zu ermöglichen, wird in Pölitz für die kurzen Ofen kein gemeinsames Fundament sondern transportable Betonsockel vorgesehen. Betreffend der Lage des 10 m Ofens wird folgendes festgelegt:
1.) Scho erhält keine Mitteilung, da Kammer bereits in Montage und eine Änderung nur den Anfahrtermin verzögern würde.
2.) Mettin tauscht endgültig den Ofen 5 gegen Ofen 3 um. Kaltgaszuführung in den Kontaktraum wird dann nicht ausgeführt.
3.) Alle übrigen FHD-Anlagen werden nach Fertigstellung des Schemas von dem eventl. Umtausch benachrichtigt.
Eine Abbestellung der Kaltgas-Verteilerspinnne erfolgt nicht.

91248

358

Betriebstemperaturen:

Die maximal zulässige Betriebstemperatur der Rohrleitungen wird von 570° auf 550° erniedrigt. (Hiheres siehe unseren Mitvermerk Nr. 1860).

Zur Erzielung einer einheitlichen Messung der Wandtemperatur der Hartmetallrohre (570°) wird Herr D.I. Schappert sich mit den einzelnen Werken in Verbindung setzen.

Wasser- und Laugeeinspritzung:

Über die Laugeengen bzw. die Dimensionierung der Pumpen, Behälter usw. wurde keine Entscheidung gefällt.

Herr Dr. Durian wird eine Nachrechnung vornehmen und im Einvernehmen mit Herrn Dr. Panath baldigst eine Klärung herbeizuführen. (Siehe auch unsere Mitvermerk Nr. 1862.)

Besüglich der Rohrleitung selbst wurde folgende Einigung erzielt: Sodalösung und reines Wasser werden in 2 getrennten Druckleitungen zu den Kamern geführt.

- 7 Jede Kammer erhält einen Pfeilapparat und eine Ventilgruppe mit 2 Hebeln zum Bedienen der Mengen. Je nach den günstigsten Betriebsbedingungen werden Lauge und Wasser entweder bereits auf dem Wege zur Kammer gemischt (Vorschlag Hochdruck-Versuche) oder aber getrennt in die Kreislaufleitung zwischen Regenerator 3 und Kühler eingespritzt. (Vorschlag Pulitz).

Schneidwerk des Produktstreifers:

Die Neigung des Produktstreifers wurde mit 1,1 festgelegt. Die Saug- und Druckabscheider werden mit 4,1 Neigung verlegt.

ausfertigung von Schemata:

- 1.) Kammerachema. Pulitz hat bereits ein Solientenschema des Schemas der Einheitskammer mit neuer Reg.-Schaltung und Rauchrohrfenster erhalten. Herr Heim (Pulitz) wird das Schema auf alte Reg.-u. Offenschaltung umändern, sowie sonstige von Pulitz gewünschte Änderungen einzeichnen und anschließend mit I.F. in durchsprechen.
- 2.) Das Kreislaufschema, sowie das Schema der Einspritzungen wurde Herrn Dr. Heffler in doppelter Ausfertigung übergeben. Ein Exemplar wird uns nach Durchsicht und eventl. Änderung zur Archivierung des Originals wieder zugestellt werden.

Verteiler:

- Herrn Dr. Steffen
- Herrn Dr. Bock
- Herrn Dr. Durian
- Herrn Dr. Panath
- Herrn Dr. Schappert
- Herrn Dr. Heffler
- Herrn Dr. Heilmann
- Herrn Dr. Pulitz
- Herrn Dr. Reichenow

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

KCBraun
4-23-47

Operating Experiences at Pölitz
(Reg. Valve, Converters, Temperatures, Water Inj, Cold G.P.)

By Bastian, Ludwigshafen
12 March 1943

(Discussion held in Ludwigshafen, 4 March 1943)

Regulating Valve

Pölitz desires better regulation in its gas inlet valve to the stall for the purpose of providing reserve pressure for cold gas distribution. The present main valve is 80 mm with a 30 mm bypass. Pölitz proposes a 45 mm main valve with a 16 mm bypass. I. G. considers it more appropriate to use regulating valves with "Regulier-schwanz" (possibly an elongated cone or needle).

The 30 mm cold gas valves should eventually also be similarly rebuilt.

Pölitz does not consider a regulating cone necessary for the 16 mm air valves.

Exchange of Converter 5 for Converter 3

To provide for the interchanging of the various long converters Pölitz has provided a movable concrete base for the short converters.

With respect to the position of the 10 m converter, the following has been determined:

Stettin exchanges converter 5 for converter 3. No cold gas inlet to the catalyst space will then be provided.

Operating Temperatures

The maximum permissible operating temperature in pipe lines will be reduced from 570 to 550°C.

D. I. Schappert will get in touch with the individual plants for the purpose of determining a uniform measurement of the wall temperatures in halfpin tubes (570°C).

Water and Lye Injection

No decision was reached on the quantities of lye and/or the dimensions of the pumps, containers, etc.

Dr. Burich will check this item and get an early decision in agreement with Dr. Donath.

354a 1

With regard to the pipe arrangement itself, the following agreement was reached: Separate lines will be used for soda solution and pure water to the stalls.

Each stall will be provided with a pH apparatus and a valve group with 2 meters for dosing the quantities. Depending upon the most favorable operating conditions, water and lye will either be mixed on the way to the stall, suggested by Ludwigshafen, or injected separately into the circulating line between heat exchanger 3 and the cooler, suggested by Politz.

Inclination of the Product Catchpot

The slope of the product catchpot is to be 1%. The suction and pressure separators will have a slope of 4%.

/pkl

3542

L.A-79

T-530

Hochdruckversuche
Nr. 558

29. Januar 1943

Über Bindemittel und ihre Zusammensetzung.

Zusammenfassung:

Versuchsergebnisse verschiedener Autoren haben gezeigt, dass in Brikkettier- und Bindemitteln der Hauptträger der Bindkraft in den Stoffen zu suchen ist, welche benzollöslich - benzolunlöslich sind (z-Asphalt, z-Pech, Festbitumen). Infolge zu hohen Erweichungspunktes dieser Körper und der gleichzeitigen Gegenwart von inerten Benzolfesten müssen geeignete Brikkettiermittel noch mehr oder minder grosse Mengen von Öl enthalten.

Die Erkenntnis, dass der Erweichungspunkt allein keinen genügenden Aufschluss über die Bindfähigkeit und Eignung eines Binde- bzw. Brikkettiermittels gibt, gab Veranlassung zu einer Reihe von Arbeiten, bei welchen Verlegungen der genannten Stoffe mit Hilfe von Lösungsmitteln durchgeführt wurden.

Es werden im Folgenden die wichtigsten Ergebnisse nachstehender Arbeiten referiert:

H. Broche und H. Fedelmann:

"Kennzeichnung und Zusammensetzung von Brikkettpech"
(Glückauf 59, 233-240 (1933) und 257-267 (1933))

F. Remann:

"Reaktion von Steinkohlenterspecken."
(Braunstoffchemie Bd. 1A (1933), 121-123)

Henrich:

"Untersuchungen über das Bindemittel der
Kohlenfabrikation"
(Vlas. Lab. I. G. Hittorf, Bericht Nr. 395, 7.8.1933)

Als Lösungsmittel gelangte in diesen Arbeiten Benzol und Normalbenzin bzw. Petroläther zur Verwendung, sodass gute Vergleiche nur dem bei uns üblichen Analysemethoden möglich sind. Die bei der Verlegung erhaltenen Körperklassen sind bei den verschiedenen Autoren verschieden bekannt.

Tafel I.

Bezeichnungen.

Untersuchungsstelle	Broche & Hedelmann; Demann	Neukirch ¹⁾ Bitterfeld	Ludwigshafen
Benzolunlösliches	α-Pech	Rückstand	Benzolfestes
Benzollösliches, aber Benzin- bzw. Petrolätherunlösliches	β-Pech	Festbitumen	s-Asphalt
Benzol- und Benzinlösliches	γ-Pech	Ölbitumen	Öl

Die einander entsprechenden Körper stehen wagrecht nebeneinander; während von Broche, Hedelmann und Demann Brikettierpeche untersucht wurden, beschäftigte sich Neukirch im Wesentlichen mit Bindemittel für Elektrodenherstellung.

Es ist zunächst festzustellen, dass Brikettierpeche trotz des gleichen Erweichungspunktes sehr verschiedene Biegefestigkeit aufweisen können. Die Zerlegung solcher Peche mittels Benzol und Normalbenzin gibt die Erklärung dafür:

Tafel II.

Nr. Pechsorte	α-Pech	β-Pech	γ-Pech	Erweichungspunkt	Biegefestigkeit ²⁾
1. gutes Normalpech	25,0	38,3	36,7	68,5°	18,1 kg/cm ²
2. gutes Massepech	26,0	35,4	38,6	64,5°	15,0 "
3. schlechtes Pech	31,0	26,6	42,4	68,5°	12,6 "
4. schlechtes Massepech	28,5	28,8	42,7	68,5°	10,3 "

1) Kopie des Zollebittens, hergestellt von E. Fischer
2) in g/cm² umgerechnet.

Die verschiedenen Pecher sind trotz gleichen Erweichungspunktes verschieden aus α -, β - und γ -Pech zusammengesetzt.

α -Pech, β - und γ -Pech wurden isoliert und werden von Broche und Nedelmann wie folgt charakterisiert:

α -Pech (Benzolfestes) ist ein schwarzbraunes Pulver, das aus kohlenähnlichen Stoffen besteht. Die α -Teile guter Pecher verhalten sich etwas anders wie z.B. die α -Teile schlecht verblasener Pecher. Bei guten Pecher ist das α -Pech zwischen 400-500° schmelzbar (sintert) und zeigt dabei noch Teerabscheidung. Bei seiner Verkokung werden geflossene und geblähte Kokse erhalten. Bei schlechten Blasepechen sind die α -Teile praktisch unschmelzbar, geben nur noch gebackene oder gesinterte Kokse. Die Adsorptionsfähigkeit für Öle ist bei α -Teilen schlechter Pecher grösser als bei α -Teilen guter Pecher.

Das α -Pech besitzt nicht nur selbst keine Bindekraft, sondern beeinträchtigt auch die Bindekraft der sonstigen Pechbestandteile. Dies zeigt die folgende Tafel III. Es wurden Brikettmittel mit β -Pech allein und mit Zusätzen von α -Pech als Brikettiermittel hergestellt. Die % Brikettiermittel sind so bemessen, dass gleiche (β)-Pech-Mengen jeweils in den Briketts vorhanden waren.

Tafel III.

% Binde- mittel	B r i k e t t i e r m i t t e l			Erweich.P.	Biegefestigkeit (Bidefähigkeit)
	α -Pech	(β)-Pech	%		
5,7	0	100	53°	18,6 kg/cm ²	
6,3	9,5	90,5	54°	17,9 "	
7,0	19	81	64,5°	17,9 "	
7,9	28,5	71,5	83,5°	11,9 "	
9,2	58	62	99°	7,2 "	
7,0	Normalpech		66°	17,8 kg/cm ²	

Die Tabelle führt die starke Wirkung des α -Pech-Zusatzes vor Augen, der Erweichungspunkt wird herabgesetzt, der α -Teil saugt β -Teile ein und entzieht somit diese der zu bindenden Kohle. Selbst durch vermehrte Zugabe von Brikettiermittel kann der verschlechternde Einfluss nicht ganz ausgeglichen werden.

Wurde α -Pech mit Petrolin extrahiert, konnten noch 29 % lösliches ermittelt werden. Der Rest (71 %) hatte bei Verkokung das Back- und Blähvermögen vollkommen verloren.

β -Pech: β -Pech stellt ein fast schwarzes, sprödes Hartpech dar mit hohem Erweichungspunkt (> 80°) und guter Mahlbareit. Es hat wegen seines hohen Schmelzpunktes für sich allein geringes Bindevermögen.

γ-Pech: Dies stellt den niedrigst molekularen Teil des Pechs dar und ist eine braune weiche Masse (Öle und Kristalle) oder ein harter Körper. Für sich allein hat auch dieser Bestandteil schlechte Bindefähigkeit (zu niedriger Erweichungspunkt), seine Bindefähigkeit ist umso besser, je höher molekular er ist (Pechgehalt beim Destillieren).

Das Bindemedium im Pech ist vielmehr das Gemisch von α - und β -Pech. Und zwar wurde festgestellt, dass ihr Verhältnis bei guten Pechen ungefähr 1:1 ist (Tafel II siehe 1 und 2) entsprechend einem Weichpech von etwa 30-40° Erweichungspunkt. Bei schlechten Pechen ist β wie etwa 1:1,5, entsprechend einem Weichpech vom Erweichungspunkt 10-20°.

Auf den notwendigen Erweichungspunkt von 70° gestellte schlechte Pecher haben viel α - und viel β -Pech (Tafel II siehe 3 und 4).

Durch schlechte Verblasung wird α -Pech durch starke Zersetzung von β -Pech und Dehydratierung (95 % des O₂ als H₂O, 7 % als CO₂ abgespalten) vermehrt. Dadurch wird das Verhältnis von β bei bestimmtem Erweichungspunkt verschoben:

Gute Pechsorten enthalten:

19-26 % α -Pech
35-43 % β -Pech
36-41 % γ -Pech

H. Demann kommt zu ähnlichen Ergebnissen:

Er findet bei verschiedenen Pechen grosse Schwankungen in der Zusammensetzung:

18-32 % α -Pech
14-27 % β -Pech
47-56 % γ -Pech

Die Elementaranalysen von α -, β - und γ -Pechen aus verschiedenen Pechen gaben untereinander gute Übereinstimmung:

Tafel IV.
Elementaranalysen.

Aschefreie Substanz	α -Pech	β -Pech	γ -Pech
% C	89,27	89,20	91,0
% H	4,60	5,35	6,4
% O	5,61	5,04	1,0
% N	1,44	1,82	0,7
% S	1,08	0,78	0,87

β -Pech hat den höchsten Sauerstoff- und niedrigsten Kohlenstoffgehalt.

Verkokung bei 1000°:

α-Pech: 7,6-11,5 % Flüchtiges; Koks ungebakken wie Fusitkoks
 β-Pech: 41,4-52,9 % " ; Koks stark gebläht und gelassen.
 γ-Pech: 37,7-94,5 % " ; Koks gelassen.

Bäckfähigkeit bei 900° mit Sand (Dama):

α-Pech: Bäckfähigkeit 0
 β-Pech: " 52-65
 γ-Pech: " 0

Bäckfähigkeit bei 400° mit Sand:

α-Pech: Bäckfähigkeit 0

γ-Pech höhere Bäckfähigkeit als β-Pech.
 Kuchen nach Erkalten bei β-Pech hart, bei γ-Pech weich.

β-Pech bräunt sich beim Erwärmen, bläht sich stark auf, wird n.T. behgönlöslich, bei 400° Zersetzung, Bäckfähigkeit bei 400° und höher, Bitumencharakter.

γ-Pech: Seine Bindefähigkeit hängt vom Erweichungspunkt ab, verflüssigt sich beim Erwärmen zunächst ohne wesentliche Zersetzung, bei höherer Temperatur destilliert das Meiste ab (90%), bei 900° keine Bäckfähigkeit mehr. γ-Pech hat vielleicht Erweichungseigenschaften für die Kohleoberfläche; Kohlenwasserstoffcharakter.

Tafel Vc

Untersuchtes Produkt	aus Steinkohle			aus Braunkohle			a. Erdölpech
	Raschig-Teer (Griesheim)	Weich-pech (Griesheim)	Hart-pech (Griesheim)	Teer-psch (Griesbeck)	Ersoi-pech (Griesbeck)	Montan-pech (Griesbeck)	
Erweichungspunkt °C	<20	45	78	76	82	78	77
Zerlegung in:							
% Rückstand (α-Pech)	5,5	21	23	12	12	-	-
% Festbitumen (β-Pech)	32	37	35	26	42	-	-
% Ölbitumen (γ-Pech)	52,5	42	42	60	46	100	100
Rückstand (α-Pech):							
Erweichungspunkt °C	210	210	220	210	210	-	-
% Koks	85	79	81	73	56	-	-
% Flüchtiges	17	21	19	27	34	-	-
Festbitumen (β-Pech):							
Erweichungspunkt °C	73	92	107	158	150	-	-
% Koks	58	54	57	57	59	-	-
% Flüchtiges	42	36	33	42	40	-	-
Ölbitumen (γ-Pech):							
Erweichungspunkt °C	30	13	15	31	22	77	59
% Koks	18	32	33	31	23	22	50
% Flüchtiges	82	68	62	69	71	78	70

Neukirch hat in ähnlicher Weise eine Reihe von Bindemitteln verschiedenen Ursprungs untersucht, welche für die Elektrodenherzeugung in Betracht kommen.

Aus der Tafel V (Seite 5) ist ersichtlich, dass die Schmelzpunkte (Erweichungspunkte) der α - und γ -Anteile aus Braunkohleprodukten höher liegen als bei den entsprechenden Steinkohleprodukten.

Um die Eignung der einzelnen Pechbestandteile für die Herstellung von Elektrodenkohlen festzustellen, wurden mit α -, β - und γ -Pech aus Griesheimer Steinkohlenweichpech und Steinkohlenpechkoks Formlinge hergestellt. Der Bindemittelzusatz betrug jeweils 15 %, der Pressdruck (Blockpresse) betrug 500 at_m. Die Presstemperatur lag maximal bei 150° und zwar mindestens 20° über dem Schmelzpunkt des Bindemittels. Die Kohlen wurden dann bei 1000° Höchsttemperatur gebrannt.

Tafel VI gibt die Resultate dieser Versuche wieder.

Aus diesen Versuchen wurden folgende Schlüsse gezogen:

Dem α -Pech kommt weder für die ungebrannte noch für die gebrannte Kohle Bindevermögen zu, es zersetzt sich vor Erreichen des Schmelzpunktes.

Das β -Pech ist der eigentliche und praktisch alleinige Träger der Bindemittelseigenschaften und gibt sowohl für die ungebrannten wie auch für die gebrannten Kohlen das beste Ergebnis. Beim Brennen der Kohlen schmilzt es zunächst, destilliert nicht ab, sondern zersetzt sich unter Bildung von bindendem Koks.

Das γ -Pech hat für die ungebrannte Kohle praktisch keins Bindevermögen. Für die gebrannte Kohle hat das γ -Pech geringes Bindevermögen. Es schmilzt zunächst ein, destilliert aber bei weiterem Erhitzen gossenteils unzerstört ab und gibt nur wenig Bindemittelkoks.

Mischungen von α - und γ -Pech sind schlecht. β -Pech gibt bei Zusatz von 20 % α -Pech noch gute Kohlen, ebenso noch bei Zusatz von 40 % γ -Pech. Geringere Zusätze von α zu β -Pech sind wegen der Herabsetzung des Erweichungspunktes günstig.

In Anbetracht dessen, dass die Praxis wohl immer mit α -Pech-haltigen Bindemitteln arbeiten wird und zur Herabsetzung des Erweichungspunktes dann wesentliche Mengen von γ -Pech anwesend sein müssen, decken sich die Resultate von Neukirch sehr gut mit den Erfahrungen von Broche und Demann.

Weitere Versuche Neukirchs stellten fest, dass α -, β - und γ -Pech verschiedener Steinkohleprodukte untereinander praktisch identisch sind in ihrem Verhalten als Bindemittel.

gez. Rank

280

Tafel VI.

Herstellung von Elektroden aus Pechkoks und Feerweichpech Grubshelm.
(Bündelstanzmaß bei allen Versuchen 15 %)

Tabelle 1		ungebrannte Kohle		gebrannte Kohle		Dichte g/cm ³	Wichte g/cm ³
Wichte g/cm ³	Schmelzpunkt °C	A r t	Dichte	A r t	Dichte		
100	210	79	zerfällt durch leichten Druck	1,28	zerfällt	1,21	messung nicht möglich
40	144	72	mit der Hand zerbricht	1,50	fest, etwas klumpig	1,50	101
9	124	69	fest	1,52	fest	1,52	111
100	92	64	sehr fest, leicht verformbar	1,53	sehr fest	1,53	121
30	74	62	sehr fest, nicht verformbar	1,53	sehr fest	1,51	131
30	66	55	fest	1,63	sehr fest	1,50	106
60	60	48	fest, leicht verformbar	1,59	sehr fest	1,45	125
20	50	37	fest	1,58	sehr fest, klumpig	1,44	145
100	110	11	fest, leicht verformbar	1,47	sehr fest, klumpig	1,40	153
80	20	44	fest	1,44	fest	1,44	160
40	10	34	fest, leicht verformbar	1,43	fest	1,43	215
30	16	34	fest, leicht verformbar	1,46	fest	1,47	148
30	10	25	fest, leicht verformbar	1,46	fest	1,51	157

Vorbereitung des Versuchs Nr. 906
Prof. Ehrlich

Ludwigshafen, Pfalz, den 19. April 1906

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pflüger

Fertigstellung von Brikettiermittel

aus Abschlamm Scholven

Begutachtung am 16. März in Badveit

1. Bezeichnung des Herrn:

Dr. Urban, Variationswerk, Chemnitz
Dr. Bahr, I. G. Farbenindustrie

Dr. Urban teilt mit, daß er die vorgeschriebenen Mengen
Kohlensäure für die Herstellung von Brikettiermittel
durch Herausnahme der Flüssigkeit und Anbringen von
Brikettiermittel

gemessen hat. Die Einsparung pro Tonne gestiegenen Rohes
Brikettiermittels beträgt zur Zeit etwa 10 % und ist durch
Vorgabe des Rohes und der Granulierbedingungen
auf die vorgesehene Menge gebracht worden.

Die Menge des Rohes ist durch die
Leistungsleistung um etwa 3 bis 4 % über den
Leistungsleistung in den Anlagen unter der
Leistungsleistung vertrieben.

Die Menge des Rohes ist durch die
Leistungsleistung um etwa 3 bis 4 % über den
Leistungsleistung in den Anlagen unter der
Leistungsleistung vertrieben.

Die Menge des Rohes ist durch die
Leistungsleistung um etwa 3 bis 4 % über den
Leistungsleistung in den Anlagen unter der
Leistungsleistung vertrieben.

Die Menge des Rohes ist durch die
Leistungsleistung um etwa 3 bis 4 % über den
Leistungsleistung in den Anlagen unter der
Leistungsleistung vertrieben.

Die Menge des Rohes ist durch die
Leistungsleistung um etwa 3 bis 4 % über den
Leistungsleistung in den Anlagen unter der
Leistungsleistung vertrieben.

21407

BINDERS AND THEIR COMPOSITION
By Rank, Ludwigshafen, 29 Jan. 1943

Results of experiments by various authors have shown that the principal carrier of the binding power in briquetting and binding media is to be found in those substances which are soluble in benzol or insoluble in gasoline, such as s-asphalt, B-pitch or solid bitumen. Due to too high softening points of these substances and the simultaneous presence of inert benzol solids, suitable briquetting media must contain larger or smaller quantities of oil.

The realization that the softening point alone is not a sufficient criterion of the binding power and suitability of a binding or briquetting medium, led to a number of experiments in which the substances mentioned were decomposed by means of solvents.

In the following discussion I refer to the most important results of these experiments:

H. Broche & H. Nedelmann: "Characteristics and composition of briquetting pitch." (Glücksauf 69, 1933).

W. Demann: "Extraction of bituminous coal tar pitches." (Brennstoff-chemie, Vol. 14, 1933).

Neukirch: "Investigations into coal binders." (Untersuchungen über das Bindemittel der Kohlenfabrication) (I. G. Bitterfeld, Report #395, 1933).

The solvent used in these experiments was benzol and normal gasoline or petroleum ether, so that good comparisons are possible with our usual methods of making analyses. The classes of substances obtained in the decomposition are named differently by the different authors:

TABLE I -- DESIGNATION

Experiments by	Broche & Nedelmann; Demann	Neukirch, Bitterfeld	Ludwigshafen
Benzol insolubles	A-Pitch	1) Residue	Benzol solids
Benzol solubles, but gasol. or petrol. ether: insolubles	B-Pitch	Solid bitumen	S-Asphalt
Benzol & gasoline solubles	G-Pitch	Oil bitumen	Oil

Note: - 1) A-, B-, G-Pitch = Alpha-, beta-, gamma- respectively, wherever referred to herein.

The substances corresponding to each other are listed horizontally. While Broche, Nedelmann and Demann investigated briquetting media, Neukirch confined himself principally to electrode binders.

It should first be noted that briquetting pitches may have varying characteristics, in spite of the same softening points. The decomposition of such pitches by means of benzol and normal gasoline offers an explanation for this:

TABLE II

No. & Kind of Pitch	% A-Pitch	% B-Pitch	% G-Pitch	Softening Point	Bending Strength ²⁾
1 - good normal pitch	25.0	38.3	36.7	68.5° C	18.1 kg/cm ²
2 - good blister pitch	26.0	35.4	38.6	64.5	16.0 "
3 - poor pitch	31.0	26.6	42.4	68.5	12.6 "
4 - poor blister pitch	28.5	28.8	42.7	68.5	10.3 "

2) as a measure of binding power.

The various pitches are composed of different constituents of A-, B- and G-pitch, in spite of the same softening point.

A-, B-, and G-pitches were isolated and are characterized as follows by Broche and Nedelmann:

A-Pitch: (benzol solids) is a blackish-brown powder, consisting of substances similar to coal. The A-constituents of good pitches act somewhat differently from, e.g. the A-constituents of poorly blistered pitches. With good pitches, the A-pitch melts (sinters) between 400-500° C, while still showing tar separation. Molten and blistered coke is obtained from it when it is coked. With poor blister pitches, the A-constituents are practically unmeltable and produce only baked or sintered coke. The ability to absorb oils is greater with the A-constituents of poor pitches than with the A-constituents of good pitches.

The A-pitch not only has no binding power itself, but influences the binding power of the other pitch constituents as well. This is shown in Table III. Briquettes were made with (B+C)-pitches alone and also with additions of A-pitch as briquetting media. The percentage of briquetting medium is so proportioned that equal quantities of (B+C)-pitches are always present in the briquettes.

TABLE III

Binder	Briquetting Media			Soft. Point °C	Bending Strength (Binding Power)
	A-Pitch	(B+G)-Pitch	%		
5.7	0	100.0		38	18.6 kg/cm ²
6.3	9.5	90.5		54	17.9 "
7.0	19.0	81.0		64.5	17.9 "
7.9	28.5	71.5		83.5	11.9 "
9.2	38.0	62.0		99	7.2 "
7.0	Normal Pitch			66	17.8 kg/cm ²

The table visualizes the strong effect of the A-pitch addition. The softening point is raised, the A-constituent absorbs (B+G)-constituents and thus takes these away from the coal to be bound together. Even increased additions of briquetting media can not counteract the deteriorating influence.

When A-pitch was extracted with tetraline, 29% solubles could still be found. The remaining 71% had completely lost its baking and blistering properties in coking.

B-Pitch: is an almost black, brittle hard pitch, with high softening point (+80°C) and good grinding properties. Because of its high melting point, it has little binding power in itself.

G-Pitch: represents the lowest molecular portion of pitch and is a soft, brown mass (oils and crystals) or a resinous substance. In itself, this constituent also has little binding power (too low softening point). Its binding power is all the better, the higher molecular it is (pitch content in distillation).

The binding medium in the pitch is rather the mixture of B- and G-pitches. It has been found that their proportion in good pitches is approximately 1:1, Table II, items 1 and 2, corresponding to a soft pitch with a softening point of about 30-40°C. In poor pitches, the proportion of B:G is about 1:1.5, corresponding to a soft pitch with a softening point of 10-20°C.

Poor pitches, with a necessary softening point of 20°C, contain much A- and G-pitch, Table-II, items 3 and 4.

Poor blistering augments A-pitch by strong decomposition of (B+G)-pitch and dehydrogenation (93% of O₂, separated as H₂O, 7% as CO₂), which changes the proportion of B:G with a definite softening point.

Good grades of pitch contain:

19 - 26% A-pitch
35 - 43% B-pitch.
36 - 41% G-pitch.

362c

W. Demann gets similar results. He finds great variations in the composition of various pitches:

- 18 - 32% A-pitch
- 14 - 27% B-pitch
- 47 - 66% G-pitch.

The analyses of A-, B- and G- pitches from various pitches closely agree with each other:

TABLE IV. PITCH ANALYSES

Ash-free Substance	A-Pitch	B-Pitch	G-Pitch
%C	89.27	89.20	91.0
%H	4.60	5.35	6.4
%O	3.61	3.04	1.0
%N	1.44	1.62	0.7
%S	1.08	0.29	0.87

G-pitch has the highest H₂ and lowest O₂ content.

Coking @ 1000°C:

- A-pitch: 7.6 - 11.5% volatils, coke not baked, like fused coke.
- B-pitch: 41.4 - 52.9% " , " strongly swelled and molten.
- G-pitch: 87.7 - 94.5% " , " molten.

Baking property @ 900°C with sand (0.3mm):

- A-pitch: baking property 0
- B-pitch: " " 52-65
- G-pitch: " " 0

Baking property @ 400°C with sand:

- A-pitch: baking property 0
G-pitch has better baking properties than B-pitch.
After cooling, cake is hard with B-pitch, soft with G-pitch.
- B-pitch: turns brown in heating, swells strongly, becomes partly insoluble in benzol, decomposes @ 400°C, bakes at 400°C and above, characteristics of bitumen.
- G-pitch: its binding power depends on the softening point, liquefies in heating, at first without appreciable decomposition, at higher temperature most of it (90%) is distilled, @ 900°C it loses its baking property. G-pitch possibly has softening properties for the surface of the coal, hydrocarbon character.

362 d

TABLE V

Product Investigated	From Bit. Coal			From Brown Coal			From Petrol.
	Rashig: Tar	Soft: Pitch	Hard: Pitch	Tar: Pitch	Fresol: Pitch	Montan: Pitch	Petrol. Pitch
Soft. Point, °C	< 20	45	78	76	82	78	97
Decomposed into:							
% Residue (A-pitch)	5.5	21	23	12	12	--	--
% Solid bitum. (B- ⁿ)	32	37	35	28	42	--	--
% Oil bitumen (G- ⁿ)	62.5	42	42	60	46	100	100
Residue (A-pitch):							
Soft. Point, °C	> 210	> 210	> 210	> 210	> 210	--	--
% Coke	83	79	81	73	66	--	--
% Volatile	17	21	19	27	34	--	--
Solid bitum. (B-pitch):							
Soft. Point, °C	73	92	107	158	130	--	--
% Coke	58	64	67	58	50	--	--
% Volatile	42	36	33	42	50	--	--
Oil bitumen (G-pitch):							
Soft. Point, °C	< 30	18	16	31	22	77	85 ?
% Coke	18	32	38	31	29	22	30
% Volatile	82	68	62	69	71	78	70

In a similar manner, Neukirch investigated a number of binders of various origin, under consideration for the manufacture of electrodes.

Table V shows that the melting points (softening points) of the B and G constituents from brown coal products are higher than for the corresponding products from bituminous coal.

In order to determine the suitability of the individual pitch constituents for the production of electrode carbons, briquettes were made from bituminous coal pitch coke with A-, B- and G-pitch from Griesheim bituminous coal soft pitch. The amount of binder used was 15%, the briquette press pressure 500 atm. The pressing temperature was a maximum @ 150°C, or at least 20°C above the melting point of the binder. The briquettes were then burnt at a maximum temperature of 1000°C.

Table VI gives the results of these experiments.

Production of Electrodes from Pitch Coke and Griesheim Coal Tar Soft Pitch
(Addition of Binder a 15% in each case)

TABLE VI

			Binder			Unburnt Briquettes			Burnt Briquettes			Electrical Resistance ohms/cm/cm ² Impossible to measure
% A-Pitch	% B-Pitch	% G-Pitch	Melting Point °C	% Coke Residue	Kind	Density	Kind	Density				
100			>210	79	Breaks up under light pressure Breakable by hand	1.26	Breaks up strong, some cracks	1.21				
40	60		144	72	"	1.60	"	1.50	101			
20	80		124	69	Strong	1.62	Strong	1.52	91			
	100		92	64	Very strong, cannot be deformed	1.63	Very strong	1.53	96			
	80	20	74	62	"	1.63	"	1.51	93			
	60	40	40	55	Strong	1.63	"	1.50	106			
	40	60	<20	48	Not very strong, can be deformed	1.59	Still strong Breakable	1.46	126			
	20	80	<20	37	Soft	1.58	by hand	1.44	115			
		100	18	32	Breaks up under light pressure	1.58	Easily breakable	1.40	158			
20		80	<20	42	Soft	1.57	Breakable by hand	1.44	180			
40		60	<20	51	Breakable by hand	1.53	"	1.43	215			
60		80	64	64	"	1.56	"	1.47	178			
80		20	177	75	Breaks up under light pressure	1.36	Can be broken very readily	1.31	257			

362 f

The following conclusions were drawn from these experiments:

A-pitch is suitable as binder for neither burnt nor unburnt coal; it decomposes before reaching the melting point.

B-pitch is the proper and practically the only carrier of binding properties and gives the best results for unburnt as well as burnt coal. It first melts in the burning of the coal, does not distill off, but decomposes and forms binding coke.

G-pitch has practically no binding power for unburnt carbon. For burnt coal it has little binding power. It first melts, but distills off, largely undecomposed, in further heating and forms only little binder coke.

Mixtures of A- and G-pitch are bad. B-pitch still produces good briquettes when 20% A-pitch or 40% G-pitch is added. Smaller additions of B- and G-pitch are favorable because the softening point is lowered.

Considering that binders containing A-pitch will probably always be used in practice and that considerable quantities of G-pitch must then be present to reduce the softening point, Neukirch's results agree very well with the experiences of Broche and Demann.

Further experiments by Neukirch showed that A-, B- and G-pitch from different bituminous coal products are practically identical, respectively, in their behavior as binders.

Briquette Binder from Scholven Letdown.
Discussion at Scholven, April 16, 1943. (Abstract).

Dr. Urban said that the thruput thru the ball kiln (Kugelofen) in the topping of letdown for the production of briquette binder had been increased from 5.5 m³ to 8 m³ injection per hour by removing the balls and attaching overflow plates. The briquette binder production at the time was about 100 to 120 t/day. After enlarging the cooler and granulating equipment, the production is to be increased to the proposed 150 t/day. The coal thruput in hydrogenation could be increased 10%, increasing the gasoline yield by about 3 to 4% above the former normal yield, even though the oil remaining in the binder is lost to hydrogenation. Thus, the desired condition in the production of briquette binder in hydrogenation, whereby the oil losses sustained in the production of briquette binder should be equalized by a correspondingly increased thruput in residue processing, has been reached.

362g

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

Vergleich mit Kerzenfilter.

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

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

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

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

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

Verarbeiteter Abschläm	81 875 kg	
Verdünnungsgöl- vom Aufbringen der Filter- hilfe stammend	5 500 kg	
Filterhilfe Torf + Kieselgur	1 100 kg	= 1,15 % davon Kieselgut allein 1 025 kg
Ges. verarbeitet 88 475 kg		

Erhalten wurde	Filtrat	= 72 501 kg	= 82,1%
	Filtrerrückstand	= 12 500 kg	= 14,1%
	Verlust	= 3 472 kg	= 3,8%

Der Filterkuchen ergab im Mittel noch 35,0% Schwefelöl beim Abschwelen in der Fischerretorte gegen 34,5% beim Kerzenfilterrückstand; ersterer enthält also kaum mehr Öl als letzterer. Das aus den Filtraten erhaltene Bitumen schwankte im Aschengehalt zwischen 0,09 und 1,1%, nachdem die Apparatur gründlich gespült war; selbst das kurze Zeit in der Röhrenapparatur abgetroppte und wassergranulierte Produkt enthielt nur 0,21% Asche, obwohl die Apparatur nicht besonders gereinigt worden war. Das Filter arbeitete also hinsichtlich der Filtratreinheit durchaus befriedigend.

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

Zum Ausgleich dieser verschlechterten Filterleistung wurde einmal die Filtrationstemperatur von 130-140° auf 180° erhöht, wodurch die Leistung auf 100-120 kg anstieg, dies wurde ermöglicht durch verstärkte Kühlung der zur Vakuumpumpe führenden Leitungen, wodurch das verdampfte Öl besser kondensiert und wieder gewonnen werden konnte. Ferner wurde durch verstärktes Abschneiden des Kuchens, d.h. durch erhöhten Verbrauch an Filterhilfe eine weitere Steigerung auf 160-180 kg/qa und Stunde erzielt, wodurch die frühere Leistung bei Abschläm der Fahrweise bei 300 atü nahezu wieder erreicht war. Weiter konnte durch Anwendung einer distalen Hilfsfläche die Fahr-

- 3 -

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

Vergleich mit Kerzenfilter.

In dem Kerzenfilter wurde der gleiche Abschlamme bei der gleichen Temperatur gefahren, die Leistungen betragen am Anfang bei unverdünntem Abschlamme ~ 220 kg, bei 1:0,25 verdünntem Abschlamme stiegen die Leistungen kurze Zeit auf etwa 300 kg an, auf die Gesamtfilter sind dies rund 120 kg. Diese Leistungen konnten aber nur etwa 4 Tage gehalten werden, dann fiel die Filterzeit stärker ab und zwar nach 10 Tagen auf 60 kg, d.h. den 5. Teil gesunken; nach 18 Tagen mußten die Steine ausgewechselt werden, nachdem also je qm und Stunde rund 26 000 kg durchgesetzt waren; da ein Filterstein 360 g wiegt und ca. 85 Stück auf 1 qm kommen, sind rund 0,15 % des Abschlammes an Filtersteinen verbraucht worden, also gewichtsmäßig wäre der Filtersteinverbrauch bei abfallender Leistung etwas günstiger. Bei Aufrechterhalten der Anfangsleistung, was beim Dünnschichtfilter der Fall ist, wird auch der Filtersteinverbrauch gewichtsmäßig gleich groß wie der Filterhilfsverbrauch beim Dünnschichtfilter. Preismäßig dagegen ist der Filterstein viel ungünstiger. 1 qm Filterstein kostet ohne Montage und Bindung rund 90 M. incl. etwa 100 M.; die Filterhilfe für 1 qm Dünnschichtfilter dagegen kostet nur 3.50 - 4.- M., d.h. man erhält für den Preis von 1 qm Filtersteine eine Filterhilfsmenge für ca. 26 qm. Diese große Überlegenheit könnte nur dann ausgeglichen werden, wenn es gelänge, die Filtersteine zu regenerieren, was bis jetzt nicht möglich ist; andererseits können die Kosten der Filterhilfsschicht durch Verwendung anderer Materialien voraussichtlich noch gesenkt werden. Da das Dünnschichtfilter in seiner jetzigen Form als Vakuumfilter nahezu voll kontinuierlich arbeitet, fast keine Bedienung braucht und sehr einfach und betriebssicher ist und mindestens dieselben Leistungen erzielt, während das auch weitgehend mechanisierte Kerzendruckfilter ein sehr komplizierter und teurer Apparat ist, der wesentlich höhere Betriebskosten benötigt, fällt der Vergleich vollkommen zu Gunsten des Dünnschichtfilters aus.

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

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

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

gez. Pfirrmann

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pich
24. 7. 1942

Nachtrag zum Bericht v. 23.7.42.

betr. Filtration des Abschlammes der Kammer 80A bei 700 atü
und 25 MV mit Mittelölreibung.
Vergleich mit Kerzenfilter.

Die mit dem 8 cm Filter an 3 Kohlenarten, Oberschlesien, Ruhr, Saar erzielten Filtrierergergebnisse zeigen einige Unterschiede etwa derart, daß die Oberschlesische Kohle sich besser filtrieren ließ als Saarkohle und Ruhrkohle.

Diese Unterschiede sind durchaus nicht Lage-bedingt, sondern eine Folge der verschiedenen Kohlequalität. Die weitaus am besten filtrierende Oberschlesische Kohle ist eine junge bitumenreiche Kohle, ihr steht die etwas schlechter filtrierende Saar zwar nahe, sie ist nur wenig älter (geringerer Sauerstoffgehalt) hat dafür etwas mehr flüchtige, doppelt so viel Asche, was sofort einen kleineren Abbau und damit erheblich mehr Filterrückstand ergibt, d.h. der Schlamm muß schlechter filtrieren. Die Ruhrkohle ist wesentlich älter und daher auch schlechter im Abbau und im Filtrieren. Die Faktoren, welche die Filtration beeinflussen, sind nochmals in nachfolgender Tabelle zusammengestellt:

Holt für Abgabe

Kohlensorte	Flüchtiges	C	C	Asche	Abbau	
Oberschlesien K 1242	37,6	81,9	11,0	4,9	92,8	filtriert am besten
Saar E 1246	40,9	82,4	9,2	9,2	78,4	steht in der Mitte
Ruhr, Auguste Victoria K 1247	33,3	39,0	7,5	4,4	73,4	am schlech- testen

Beim Fahren mit Mittelöl und wasserstoff ergibt sich also auch die bei 200 atü gefundene Regel, daß der Aufschlußgrad bzw. Abbau und damit auch die Filtrierfähigkeit eng von dem Kohlenalter (Sauerstoffgehalt bzw. C) abhängt, und bei gleichem Aschegehalt die Kohle umso besser filtriert, je jünger sie ist. Braunkohlen lassen sich daher meist am besten filtrieren, der Abbau geht bis 98%. Der Aschegehalt drückt den Abbau herab, da es nicht möglich ist, die nicht abgebaute Kohle unter dem % an Asche herunterzubringen; bei höherem Aschegehalt steigt der nicht abgebaute Restkohlengehalt im Rückstand sogar stark an, was wohl als Verdünnungswirkung der Asche zu betrachten ist. Das selbe gilt auch beim Extrahieren mit Tetralin ohne Wasserstoff, soweit ich Versuche damit angestellt habe.

Vergleicht man als die Filtrierfähigkeit der bei verschiedenen Verfahrenswegen erhaltenen Abschlämme, so genügt es, die Daten für eine bestimmte zusammengesetzte Kohlenart, unabhängig von deren Herkunft, festzustellen; das Verhalten anderer zusammengesetzter Kohle kann man dann in weiteren Größen vorhersagen.

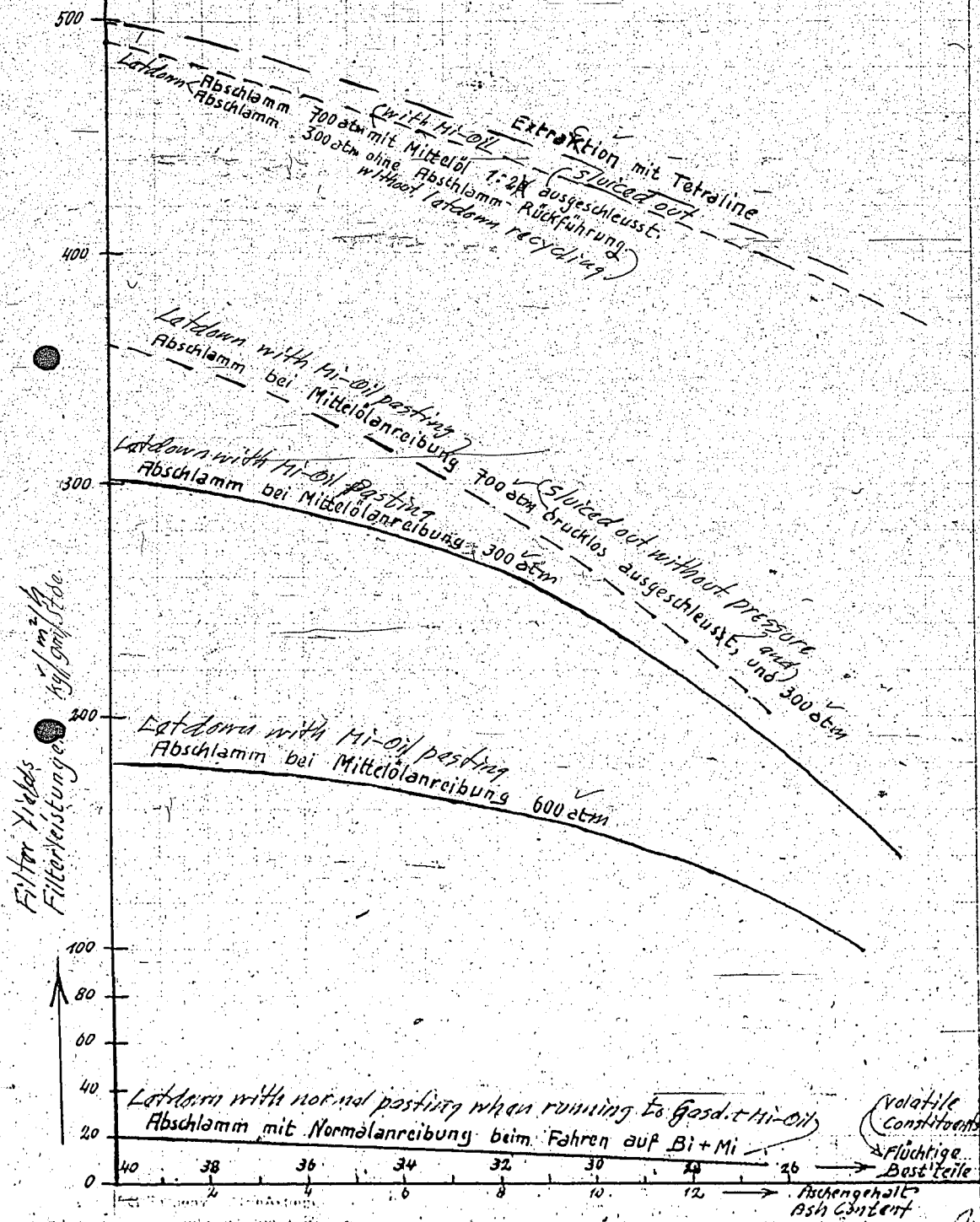
In nachfolgender Tabelle ist der Versuch gemacht, die Filtrierfähigkeit für Spiehkohlen zwischen einem Gehalt an Flüchtigen von etwa 40 bis 25 bei einem Aschegehalt von ca. 4% graphisch darzustellen.

Etwa dieselbe Abhängigkeit besteht, wenn man eine Kohle z. B. von 40 flüchtigen aber zunehmendem Aschengehalt umsetzt, auch dabei fällt die Filtrierfähigkeit mit steigendem Aschengehalt stets ab, etwa nach denselben Kurven. Die Tabelle bringt den Einfluss der Fahrweise. Am besten läßt sich der mit Tetralin-Kresol hergestellte Extrakt filtrieren, mit Leistungen von 500 und darüber; etwa dieselben Leistungen werden erreicht, wenn man die Kohle mit etwa der doppelten Menge Mittelöl anreibt und keinen Abschlamms zurückführt, was nur diskontinuierlich durchführbar ist. Mit Abschlammsrückführung und 1:1 bis 1:1,25 Mittelöl-Anreibung fällt bei 300 atü die Filtrierfähigkeit entsprechend ab; bei 700 atü ist der Abfall noch stärker, was aber nur die Folge der starken Dispergierung und Kolloidierung der Restbestandteile beim Durchreißen durch die Abschlammsventile ist. Beseitigt man diese Nachzerkleinerung durch Verwendung von Ausschleussern, wie sie von Uhde gebaut wurden oder von abwechselnd bedienten Schleusgefäßen, so wird die Filtrierfähigkeit besonders stark erhöht und die Unterschiede zwischen 300 und 700 atü fallen praktisch weg. Normalabschlamm mit Schleuderölrückführung ist in der Filtrierfähigkeit eine Größenordnung, rund 10 mal schlechter, doch dürften die jetzt gewonnenen Erkenntnisse auch dort Fortschritte bringen.

Th. W. P. ...

F-329

(EHS)



Filter Yields
Filterleistungen
in g/g
auf 100g Probe

KCBraun
4-21-47

Filtration of Letdown from Stall 804 at
700 Atm & 25 MV with Middle Oil Pasting.

Comparison with Column Filter

(See also T-177, T-206,
T-271 & T-301.)

By Pfinmann, I.G.
Ludwigshafen, 23 July 1942

The results of experiments in the filtration of letdown from Stall 804 at 300 atm and 23.5 MV, with a thruput/space/time of 0.5 Upper Silesian coals were compiled in a report of February 23, 1942, including:

- a) - a column filter, 0.2 m² (Kerzenfilter)
- b) - a special Dorr filter for thin layer filtration
- c) - a suction filter rebuilt by us for thin layer filtration.

The results of filtration from the three (3) types of filters were entirely satisfactory as to removal of ash; the bitumen obtained contained 0.1% ash and mostly less. The filter yields from a column filter with letdown, which in a test in the test pressure filter had required 1-3 minutes, was about 300-400 kg/m²/h net filter time, which, however, was reduced to about 120-200 kg by the operations of opening, cake removal, etc. With the Dorr filter the yield, using Kieselgur as filter layer, was 150-200 kg/m²/h; with quick removal, i.e. more than 1% Kieselgur consumption, even 200-300 kg. Almost the same result was obtained with the rebuilt cell filter. But since it only requires about 2 hours to apply a layer and an auxiliary layer lasts 24-36 hours, only about 6-8% are auxiliary operations, i.e. the filter operates almost fully continuously, and the total yield of the thin layer filter, therefor, exceeds that of the column filter.

After the rebuilt Schüchtermann & Kremer-Baum suction filter operated satisfactorily with discontinuous knife adjustment, an old suction cell filter by Gröppel, Bochum, was rebuilt for thin layer filtration with a filter aid. This filter had about 8 m² filter surface, but only a very flat trough with very low submergence. Consequently, the trough had to be deepened to above the axis of the filter, which caused continuous leaks at the stuffing boxes due to the inaccurate roller bearings. The fastening of the filter cloth also had to be changed, because the filter was originally supplied with filter cloth. After overcoming these difficulties, the filter operates satisfactorily, the entire letdown produced could be processed. The filter aid consisted of a mixture of roughly 3.2 parts Kieselgur and 0.8 parts peat. Other materials have not proved satisfactory, because the application of the filter layer is already difficult. Moss peat has a surface similar to Kieselgur, consisting of siliceous shells, surrounded by a cross of fine siliceous hairs, which provides a particularly porous base. The large surface moss peat is coarser and has this particular disadvantage, that it isn't rigid, it sags in the heat and, therefor, cannot

be used alone.

In detail, the following total thruputs were obtained with the rebuilt 8m² filter in the short operating period still available.

Processed letdown	81873 kg.	
Thinning oil	5500 kg.	
(from the application of the filter aid)		(s. 1.15%, of which
Filter aid, peat & Kieselgur	1100 kg.	(1025 kg. Kieselgur
	88473 kg.	
Filtrate obtained,	72501 kg	= 82.1%
Filter residue,	12500 kg	= 14.1%
Loss,	3472 kg	= 3.8%

The filter cake yielded on the average 35.0% L.F.C. oil when carbonized in the Fischer retort, compared to 34.5% from the column filter residue. The former, therefore, contains hardly any more oil than the latter. The bitumen obtained from the filtrate varied between 0.09 and 1.1% in its ash content after the apparatus has been thoroughly rinsed. Even the product topped in the tubular apparatus for a short time and then granulated in water contained only 0.21% ash, although the apparatus had not been especially cleaned. The filter, therefore, worked very satisfactorily with respect to purity of filtrate.

The yields obtained during this period cannot be directly compared with the results obtained at the start of the experiments at 300 atm. because the letdown, as measured in the test filter, had an average filter time about three (3) times as long, 6-9 minutes compared to 1-3 minutes. This deterioration in the filter time of the letdown was observed particularly with Saar and Ruhr coals. With Upper Silesian coal a deterioration in filter time was also observed, which was partly due to the unfavorable temperature distribution in the four (4) converters. The three (3) and four (4) converters could not be maintained at the same temperature as converters one (1) and two (2), in which the main conversion takes place with consequent greater heat of reaction. From experience it is better to have the temperature rise towards the end of the reaction system, so that sufficient conversion will take place even in the last converter, in spite of the decreasing H₂-concentration.

In order to equalize the deteriorating filter yield, the filtration temperature was once increased from 130-140 to 180°C, which increased the yield to 100-120 kg. This was made possible by increased cooling of the lines to the vacuum pumps, whereby the vaporized oil could be better condensed and recovered. Furthermore, a further increase to 160-180 kg/m²/h could be obtained by increased cutting off of the cake, i.e. an increased consumption of filter aid, whereby the former yield with letdown from 300 atm operations could almost be reached again. Again, the operating period could be increased from 36 to 60 hours by using a thicker auxiliary layer, so that only about 5% of the total filter time needed to be used for the three (3) hour period of rinsing and re-application of the filter layer. In periods of normal cake removal the filter aid consumption therefore, dropped to 0.3 to 0.4% of the processed letdown.

369 L

Comparison with Column Filter

The same letdown was run in column filters at the same temperature. The yields, at first, were about 220 kg. with undiluted letdown. With the letdown diluted 1:0.25 the yields rose to about 300kg for a short time, or about 120 kg for the entire filter. However, these yields could be obtained for only about four (4) days. The filter time then dropped sharply to about 60 kg in 10 days, i.e. to one fifth. After 18 days the ceramic filter base had to be replaced, after a total of roughly 26000 kg/m²/h had been put thru it. Since one of these filter base inserts weighs approx. 360 g and abt. 85 pieces are required for 1 m², roughly 0.15% of the letdown was consumed in filter bases. Based on weight, the filter base brick consumption is, therefore, not quite as great with decreasing yield. If the starting yield is maintained, which is the case with the thin layer filter, the filter brick consumption will be just as great, by weight, as the filter aid consumption with the thin layer filter. The cost of the brick, however, is much greater. One m² filter brick costs roughly RM. 90.00 without binder and installation, or about RM. 100.00 installed. By comparison, 1 m² filter aid for the thin layer filter costs only RM. 3.50-4.00, i.e. the filter brick costs about 26 times as much per m² as the filter aid. This great advantage could only be overcome, if it were possible to regenerate the brick, which we have not been able to do up to the present. On the other hand, the cost of the filter aid can presumably be still lowered by using different materials. Since the thin layer filter, in its present form as vacuum filter, works almost fully continuously, needs almost no attention, is very simple and safe, and produces at least the same yields, while the extensively mechanized column pressure filter is a very complicated and costly apparatus, considerably more expensive to operate, the comparison favors the thin layer filter, by far.

The development of the thin layer filter is not complete. In the transition to the pressure filter the same progress must be made which characterizes the column filter as pressure filter, particularly the use of higher temperatures, which in vacuum, is limited by the evaporation temperature. Increasing the pressure alone beyond a certain figure does not cause any appreciable improvement, because the porosity of the loosely applied auxiliary layer is reduced thereby. The progress achieved to date with the 0.2m² vacuum filter built into a pressure tank has been unimportant. The reason for it is this, that the control head built for vacuum cannot be kept tight against pressure and continuously blows off (leaks). The filter must, therefore, be rebuilt before further experiments can be made.

On the other hand, great progress is to be expected from the careful removal of the letdown from the high pressure vessel, particularly at high pressures. With easily filtrable letdown the filter yield is doubled, with letdown difficult to filter it is even trebled. This means a longer life for the filter bricks and decreased consumption of filter aid with thin layer filters. In future planning special procedures must be developed for careful withdrawal of the letdown from the hot catchpot.

Supplement to Report of 23 July 1942.

By Pfirrmann, Ludwigshafen, 24 July 1942.

The results obtained with three (3) different coals, Upper Silesia, Ruhr and Saar, in the 6m² filter show some differences in that Upper Silesian

coal is more readily filtered than Saar and Ruhr coals.

These differences are not at all dependent upon location but are due to differences in the quality of the coal. Upper Silesian coal, by far the easiest to filter, is a young coal rich in bitumen. The somewhat more difficult to filter Saar coal is closely related to it. It is only a little older (less O₂-content) and contains slightly more volatiles, but twice as much ash, with consequent smaller conversion and considerably more filter residue, i.e. the letdown is more difficult to filter. Ruhr coal is much older and, therefore, poorer in conversion and filtration. The factors which influence filtration are again summarized in the following table:

Kind of Coal	Volatiles	C	O	Ash	Conversion	Comparative Filtration
Upper Silesian K-1242	37.6	81.9	11.0	4.9	92.8	Best
Saar K-1246	40.9	82.4	9.2	9.2	78.4	Average
Ruhr K-1247	33.3	85.0	7.5	4.4	73.4	Worst

When operating with middle oil and less H₂, the rule obtained for 300 atm, that conversion and filtrability are closely related to the age of the coal (O₂ or C content) and that with equal ash content the coal is better filtrable the younger it is, is also valid here. Consequently brown coal is generally the best to filter, conversion is as high as 98%. The ash content reduces conversion because it is impossible to bring the unconverted coal below the percentage of ash. With higher ash content, the unconverted residual coal content in the residue oven rises sharply, which is probably due to the diluting effect of the ash. The same thing is true of extraction with tetraline without H₂, where I have experimented with it.

If we, therefore, compare the filtrability of the letdown obtained by various processes, it is sufficient to compile the data for a kind of coal of a certain composition, independent of its origin. We can then predetermine the behavior of coals of other composition within wide limits.

The attached diagram attempts a graphic representation of the filtrability of bituminous coals varying in volatile content between about 40 and 25%, with an ash content of roughly 4%.

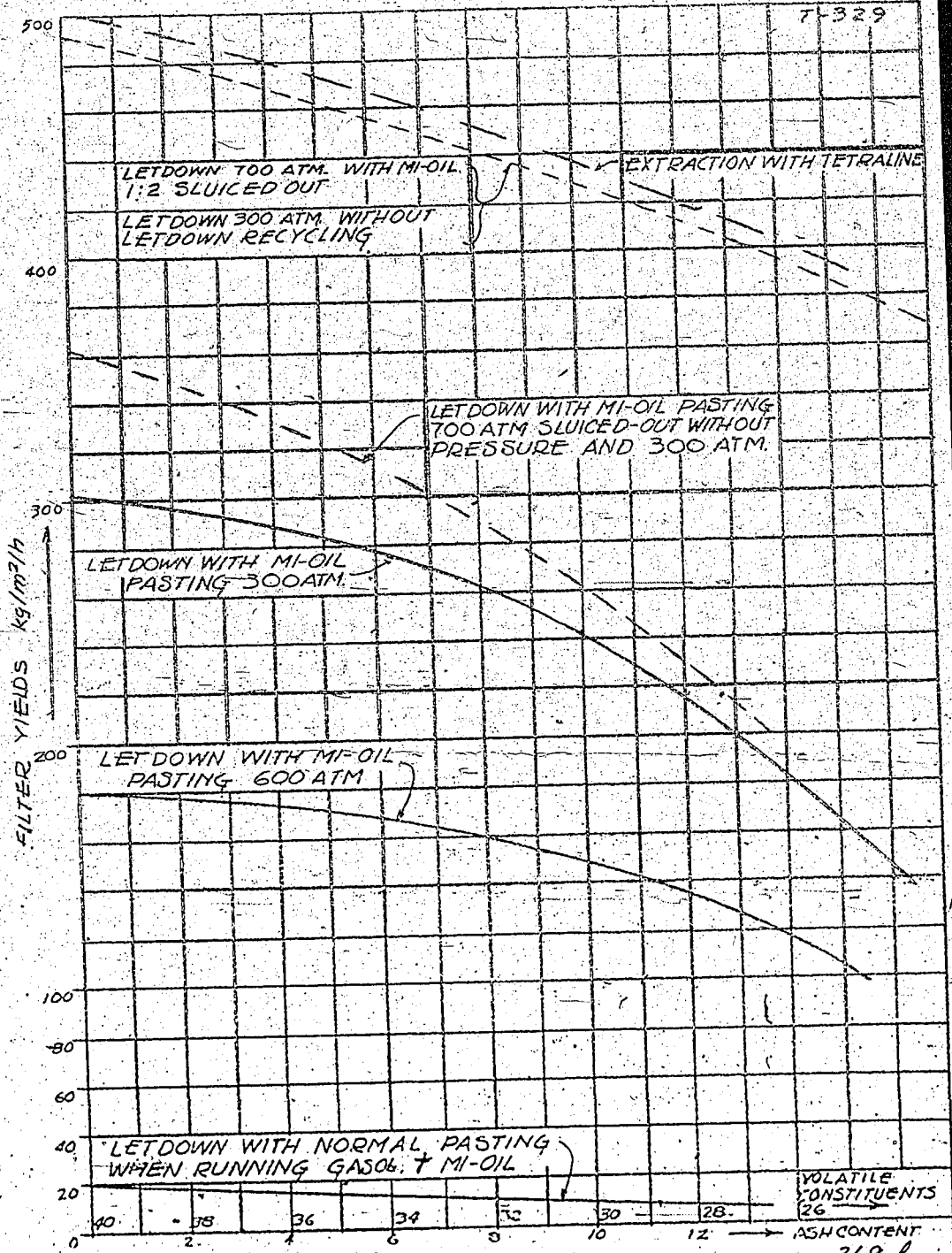
About the same relation exists in the conversion of a coal of 40% volatiles but increasing ash content. The filtrability and also steadily drops with increasing ash content, approximately following the same curves. The diagram shows the influence of the operating method. The easiest to filter is the extract obtained with tetraline cresol, with yields of 500 and above. About the same yields are obtained if the coal is pasted with approximately double the quantity of middle oil and no letdown is recycled, which is possible only in discontinuous operation. With letdown recycling and 1:1

to 1:1.25 middle oil pasting, the filtrability drops correspondingly at 300 atm. At 700 atm, the drop is even greater, which, however, is due only to the strong dispersion and colloidng of the residual constituents in passing thru the letdown valves. If this post-disintegration is eliminated by sluicing as done by Uhde, or by the use of alternately operated sluicing vessels, the filtrability is greatly increased, and the differences between 300 and 700 atm are practically eliminated. Normal letdown with centrifuge oil recycling is roughly 10 times worse in filtrability, though the knowledge gained herewith will probably also lead to progress there.

/pk1

369e

7-329



HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

3. Juni 1944

Zurück an

T-320

KB

LIPH-81

Hygasanfall.

In der folgenden Tabelle sind die Hygasanfall-Ergebnisse der Sumpfphase von schlesischen Kohlen nach Klein- und Großversuchen in Lu zusammengestellt, daneben zum Vergleich die letzten Angaben von Pölitze und einige ältere Zahlen von Gelsenberg und Schölvén.

Für das Athan (+ Athylen) wurde jeweils die Anfallmenge berechnet, die dem Kohleeinsatz in OHW, Ausbau I, entspricht (Nach Fertigstellung von OHW Ausbau II und III verdoppelt sich diese Zahl).

Der Athan-Anfall in % C vom C der Reinkohle ist bei allen Kohlen und Fahrweisen innerhalb der Fehlergrenzen gleich - abgesehen von den völlig abweichenden Pölitzer Werten, die wohl noch der Nachprüfung bedürfen-; bezogen auf die Reinkohle liegt die Athanmenge bei der Fahrweise auf Benzin + Mittelöl wegen der höheren Vergasung natürlich besser.

gez. Hölscher.

370

Mean of 6 Balances

Mean of 12 Balances

Mean of 3 Balances

Fuel Oil 50% H₂ Oil Excess

L.Ph-81

T-320

TABLE I

Kohle - Coal	Mittel aus 6 Bilanzen	Mittel aus 12 Bilanzen	Mittel aus 3 Bilanzen	Fuel Oil 50% H ₂ Oil Excess	P o l i t		s e i s e n b e r g		Schölv	
	Heinitz	Heinitz	Beuthen-Heinitz 1:1	Beuthen-Heinitz 1:1	Beuthen-Heinitz 1:1	Heinitz	(Dr. Becker 22.9.40)	Zweckel	Podbi	
% C	81,5	81,5	82	82	82	81,5			83	
Fahrweise - Operating Method	Gasol. + Mi. 600 atm	Heizöl i.M. 45%	Bi+Mi Gasol. + Mi-Oil	Heizöl 50% Öl-Ubersch.	Heizöl 35% Öl-Ubersch.	Heizöl 50% Öl-Ubersch.	Gasol. + Mi-Oil 700 atm	auf Autobi To Auto-Gasol. 645 dl.	ang.v. 8.3.40	Gasol. + Mi-Oil 300 atm
Ofengröße - Converter Size	10 ltr	10 ltr	Großapp. Lu	Großapp. Lu	Großapp. Lu	Großapp. Lu	Coal Liquid Phase Kohle-Sumpfphase			
(Conversion Pure Coal)							Jan. 1944	Febr. 1944	März 44	
Abbau (Reinkohle) Prakt. Ölgewinleistung	95,2	94,7	97,0	96,3	96,6	Large	91,9	92,3	92,8	
Temperatur °C	470,5	471	480	481	480					
Prakt. Ölgew. %/Rk.	56,7	61,5								
% C-Vergasung	22,6	18,2	18,1	15,3	16,6		52,5	52,5	54,0	
H-C Gasif. of Gasif. %	± 1,0 m.E.	± 1,5 m.E.					23,1	22,2	21,2	18,1
KW-Vergasung der Vergasg.	± 1,2	± 1,4	17,2	14,5	15,8		21,8	20,6	19,3	17,2
% C als OH ₄	26,1	27	26,0	31,5	29,7	30,6	15,7	17	18	24,4
C ₂ H ₆	± 1,6	± 0,9								24,5
C ₃ H ₈	22,2	21,4	24,3	23,2	24,0	23,3	50,0	47,6	47,4	24,0
C ₄ H ₁₀	± 1,2	± 21,4								29,4
kg CH ₄ / t Reinkohle	32,8	32,1	31,1	28,2	27,1	30,1	19,2	20,6	13,1	32,3
C ₂ H ₆	± 0,9	± 1,1								30,5
C ₃ H ₈	18,9	20,0	18,6	17,1	19,2	16,0	15,3	14,9	14,1	18,8
C ₄ H ₁₀	± 0,2	± 1,1								15,2
kg C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ / t Reinkohle	59,5	49,3	52,1	51,3	52,0	48,8	37,2			56
kg C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ / t Reinkohle	47,5	36,8	45,7	35,3	39,7	34,6	110,0			51,5
kg C ₃ H ₈ / t Reinkohle	68,5	52,6	57,1	42,1	43,9	43,9	40			69
kg C ₄ H ₁₀ / t Reinkohle	39,2	33,3	33,3	26,1	30,7	23,1	32,5			39
kg C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ / t Reinkohle	83,9	59,8		± 1,8 m.E.						56
kg C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ / t Reinkohle	36400	27400	35000	27100	30400	26500	84400			39600
kg C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ / t Reinkohle	59700	29200	37300	28800	32400	28200	89600			42000

Table I

Mean Error m.E. = mittlerer Fehler.

KCBraun/kp
4-11-47

HYGAS YIELDS IN LIQUID PHASE HYDROGENATION
By Hoelscher, Ludwigshafen, 3 June 1944

The following table shows results of hygas yields in liquid phase hydrogenation of Silesian coal in small and large scale experiments, compiled in Ludwigshafen, together with the latest figures from Pöhlitz and some older figures from Gelsenberg and Scholven for comparison.

The figures for ethane plus ethylene correspond to the yield at Blechhammer after extension I. (After completion of extensions II and III, this figure will be doubled.)

The ethane yield in % C of the C in the pure coal is the same for all coals and operating methods, within the limits of errors, apart from the radically deviating Pöhlitz values, which should probably be checked. Based on the ton of pure coal, the ethane yield, when running to gasoline plus middle oil, is naturally better, because of greater gasification.

371a

T-320

TABLE I

Table I con't.

L1 Ph-81

T-320
KCB

Coal	Mean of 6 Balances	Mean of 12 Balances	Beuthen- Heinitz 1:1	Mean of 3 Balances	Beuthen- Heinitz 1:1	Beuthen- Heinitz 1:1	Heinitz	P 8 1 i t z			G e l s e n b e r g (Dr. Becker 9-22-40)		Scholver Podbi 8-25-37
	Heinitz	Heinitz		Beuthen- Heinitz 1:1				Heinitz	Silesian Dry Coal	Zweckel	Zweckel	Zweckel	
% C	81.5	81.5	82	82	82	82	81.5	81.9		83		83	
Operating Method	Gasol. + M-oil 600 atm	Fuel Oil 45% Aver.	Gasol. + M-oil	Fuel Oil 50% H'y Oil Exc.	Fuel Oil 35% H'y Oil Exc.	Fuel Oil 50% H'y Oil Exc.	Fuel Oil	Gasoline + M-Oil 700 atm	To Auto- Gasol.	Date 3-8-40	To Auto- Gasol. + M-Oil Fuel Oil 300 atm	Gasol. + M-Oil Fuel Oil 300 atm	
Converter Size	10 ltr	10 ltr	Large Lu	Large Lu	Large Lu	Large Lu	Large Lu	Coal Liquid Phase					
Conversion (Pure Coal)	95.2	94.7	97.0	96.3	96.6	96.6	91.9	92.3	92.8				
Practical Oil Yield, t/m ³ /h.	0.50	0.714 (Throughput)	0.4	0.4	0.4	0.4							
Temperature °C	470.5	471	480	481	480	480							
Pract. Oil Yield, %/Pure Coal	56.7	61.5 based on gasif.	18.1	15.3	16.6	16.6	52.5	52.5	54.0				
% C-Gasification/C in Pure Coal	22.6 ± 1.0 m.E.	18.2 ± 1.3 m.E.	18.1	15.3	16.6	16.6	23.1	22.2	21.2	18.1	21.0	16.0 of conv. C	
H-C Gasification of Gasif. %	21 ± 1.2 "	16.8 ± 1.4 "	17.2	14.5	15.8	15.8	21.8	20.6	19.8	17.2		15.2	
% C as CH ₄	26.1 ± 1.6 "	27 ± 0.9 "	26.0	31.5	29.7	30.6	15.7	17	18	24.4	24.5	24.4	
C ₂ H ₆	22.2 ± 1.2 "	21.4 ± 21.4 "	24.3	23.2	24.0	23.3	50.0	47.6	47.4	24.0	29.4	24.1	
C ₃ H ₈	32.8 ± 0.9 "	32.1 ± 1.1 "	31.1	28.2	27.1	30.1	19.2	20.6	13.8	32.8	30.5	32.8	
C ₄ H ₁₀	18.9 ± 0.2 "	20.0 ± 1.1 "	18.6	17.1	19.2	16.0	15.3	14.9	14.9	18.8	15.2	18.7	
kg. CH ₄ /t Pure Coal	59.5	49.3	52.1	51.3 ± 1.8 m.E.	52.0	48.8	37.2			56		49.5	
C ₂ H ₆	47.5	36.8	45.7	35.3 ± 1.8 "	39.7	34.6	110.0			51.5		43.7	
C ₃ H ₈	68.5	52.6	57.1	42.1 ± 2.9 "	43.9	43.9	40			69		61	
C ₄ H ₁₀	39.2	33.3	33.8	26.1 ± 1.8 "	30.7	23.1	32.5			39		34.3	
kg. C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ /t pract. oil yield	83.9	59.8											
t/ann C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ /767000 Coal (Oil)	36400	27400	35000	27100	30400	26500	34400			39600		35000	
t/ann C ₂ H ₄ + C ₂ H ₆ /767000 Coal + 45000 hot tar + 4000 weak gas producer tar	59700	29200	37300	28800	32400	28200	39600			42000		37300	

m.E. = Mean Error

3712

(L. Ph - 82) I-519

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pfler

10. April 1942 Ham/Eb.

Nachrechnung des Druckabfalls.

Aus den Durchgangsmessungen vor dem Zusammenbau ergibt sich für den spez. Widerstand:

Spitzenvorheizer G.I	$w/q^2 = 1,3 \text{ mm WS}/(\text{m}^3/\text{h})^2$
" " G.III	6,3
Fallrohr in G.III u. Ofen I	0,2
elektr. Vorheizer	1,4
Regenerator außen	0,2
" innen, Luftkühler,	
Etagenkühler, Heißabscheider,	11,5
Etagenkühler, Produktabstreifer,	
Etagenwascher, Wasserabstreifer	
Summe	20,9 $\text{mm WS}/(\text{m}^3/\text{h})^2$

Für die Betriebsverhältnisse beim Anfahren
Kreislaufgas einschl. Kaltgas $Q_1 = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$; $\rho_n = 0,18 \text{ kg}/\text{m}^3$

Druck $P = 300 \text{ at}$
Mittlere Temperatur 15 mV entspr. 300°C entspr. 573° abs.

ergibt sich für den Strömungswiderstand ein Druckabfall von

$$\Delta p = 20,9 \cdot 2000^2 \cdot \frac{0,18}{1,15} \cdot \frac{1}{300} \cdot \frac{573}{288} = 0,868 \cdot 10^7 \text{ mmWS}$$

$$= 86800 \text{ mmWS} = 8,7 \text{ at}$$

Hinzu kommt noch der hydrostatische Druck

im Vorheizer G.I 3 Steigrohre je 8 900 mm kg	1,6 at
im " " G.III 5 " " 8 900 "	2,7 at
im el. " " 5 " " 10 400 "	3,1 at
in den 4 Öfen	4,0 at
im Reg. Hinweg	1,0 at
im Etagenwascher	0,5 at
	21,6 at

Insgesamt ergibt sich für den Druckabfall rechnerisch 21,6 at

gez. Hamacher

7-319

Gelsenberg-Benzin A.-G.
Aht. TA/BK/Bg.

Abschrift R.
Gelsenkirchen-Horst, den 3. Febr. 1941 Kr.
Ablage

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pfla.

Aktennotiz. Nr. 6 4 9 1

über

in am:

Betreff: Widerstände des Benzinsofens 1001 nach der
Abstellung am 9.1.41,
Aktennotiz Dr. Klinghardt vom 27.1.41

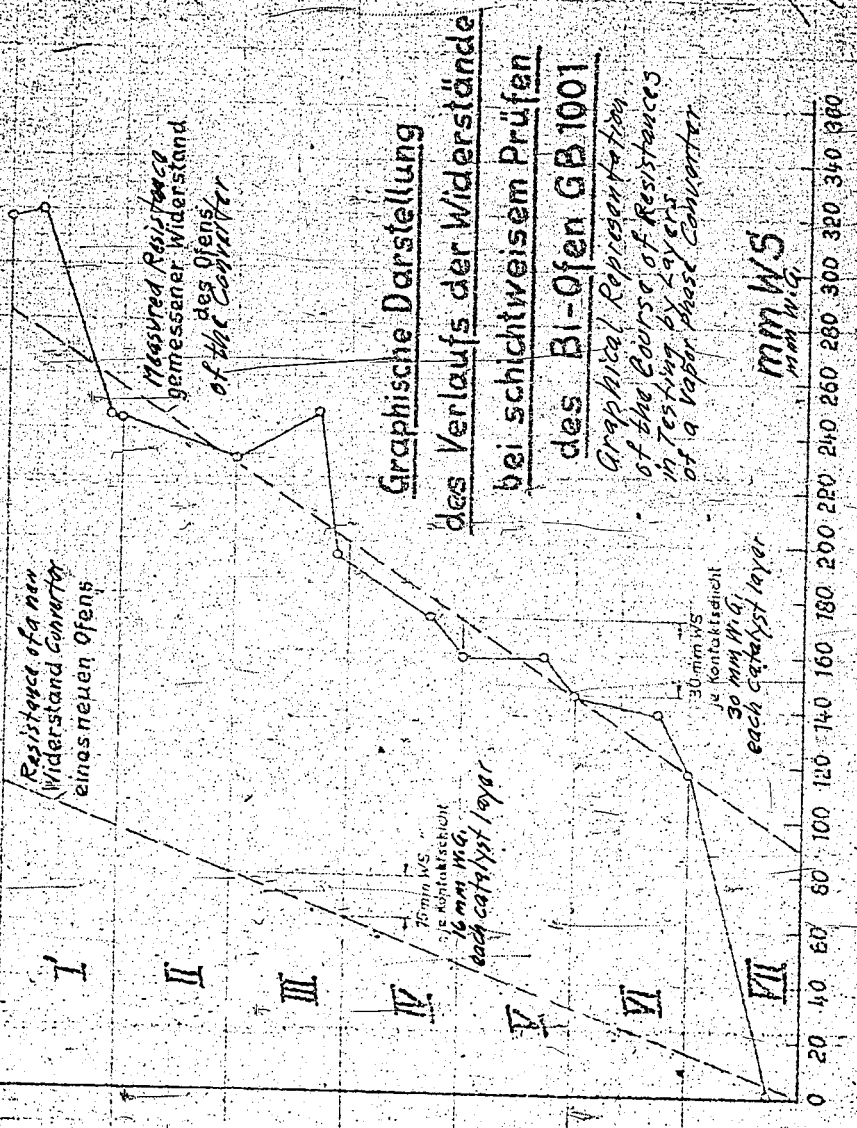
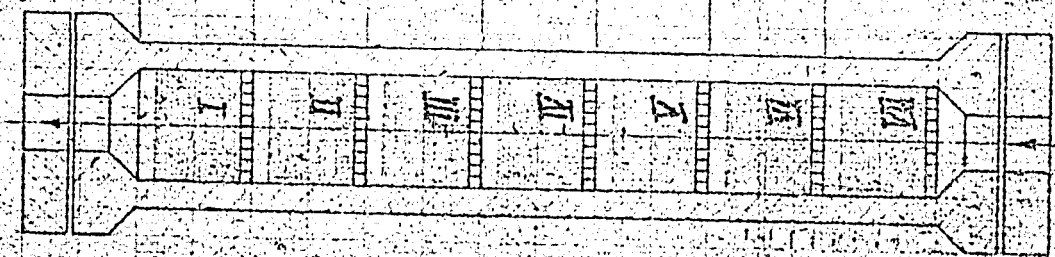
In Ergänzung der Aktennotiz von Herrn Dr. Klinghardt haben wir die gemessenen Widerstände des Ofens 1001 in beiliegender Skizze Bk.No 1527-16 dargestellt, mit dem Ziele, die bei einer solchen schichtweisen Prüfung unvermeidlich auftretenden Fehler nach Möglichkeit auszugleichen. Aufgetragen ist der normale Widerstand eines neuen Ofens mit etwa 105 mm WS entsprechend einem Widerstand je Kontaktschicht von 15 mm WS. Die gefundenen Werte der schichtweisen Prüfung bei dem ausgebauten Ofen sind dann durchschnittlich etwa 30 mm je Kontaktschicht, wobei in Feld I ein etwas erhöhter Widerstand infolge der Krustenablagerung gefunden wurde und der Hauptwiderstand von 108 mm WS allein in der untersten Kontaktschicht VII liegt.

gez. Unterschrift.

1 Anlage.

Dir. Dr. Pr.	Dir. Hö.	I. G. L'hafen.
Dr. Jb.	O. I. Bt.	
Dr. Kl.	Dr. Ro.	
Dr. Frm.	O. I. Bg.	
Dr. Frs.		

70644



Resistance of a new
Widerstand Converter
eines neuen Ofens

Measured Resistance
gemessener Widerstand
des Ofens
of the Converter

**Graphische Darstellung
des Verlaufs der Widerstände
bei schichtweisem Prüfen
des BI-Ofens GB 1001**

Graphical Representation
of the Course of Resistances
in Testing by Layers
of a Vapor Phase Converter

mm WS
mm Hg

30 mm WS
je Kontaktstunde
30 mm Hg,
each catalyst layer

T-319
10

Pressure Drop in Liquid Phase Circuit and
Vapor Phase Converter

A. - Pressure Drop in Liquid Phase Circuit.
By Hamacher, Ludwigshafen, 10 April 1942

The following specific resistance is obtained from thruput measurements before assembly:

Final Preheater, Pass I, W/Q^2	=	1.3 mm W.G./ $(m^3/h)^2$
" " " III,		6.3
Drop Pipe in Pass III & Converter I		0.2
Electrical Preheater		1.4
Heat Exch., outside		0.2
" " , inside, air cooler		
Tier Cooler, Hot Catchpot	}	11.5
" " , Cold "		
" " , Water Separator		
<u>Total</u>		<u>20.9 mm W.G./$(m^3/h)^2$</u>

For Operating Condition when Starting-Up:

Circulating gas, incl. cold gas, $Q_1 = 2000 m^3/h$, $S_{II} = 0.18 kg/m^3$.
Pressure $P = 300 atm$.
Mean temp: 15 mV, equals 300°C, equals 573° absolute.
Pressure drop for resistance to flow:

$$\Delta p = 20.9 \times 2000^2 \times 0.18 \times \frac{1}{1.15} \times \frac{1}{300} \times \frac{1}{288} = 0.868 \times 10^5 \text{ mm W.G.}$$

$$= 86800 \text{ mm W.G.} = 8.7 \text{ atm}$$

To this must be added the hydrostatic pressure

in Preheater, Pass I, 3 rising pipes @ 8900 mm kg	=	1.6 atm
" " " III, 5 " " @ 8900 "	=	2.7 "
" Elect. Preheater, 5 " " @ 10400 "	=	3.1 "
" the 4 converters	=	4.0 "
" Heat Exchanger, inlet pass (Hinweg)	=	1.0 "
" Tier Washer	=	0.5 "
<u>Total Pressure Drop</u>		<u>= 21.6 atm</u>

Resistances in Gasoline Converter 1001

After its Shut-Down, 9 January 1941

By Dr. Klinghardt, Gelsenkirchen-Horst, 3 February 1941

The attached diagram shows the resistances in Converter 1001, supplementing Dr. Klinghardt's report of 27 January 1941, for the purpose of equalizing as much as possible the errors of testing by layers. The diagram shows the normal resistance of a new converter of 105 mm W.G., corresponding to a resistance of 15 mm W.G. per layer of catalyst. Tho

Pressure Drop in Liquid Phase Circuit and
 Vapor Phase Converter

A. - Pressure Drop in Liquid Phase Circuit.
 By Hamecher, Ludwigshafen, 10 April 1942

The following specific resistance is obtained from thruput
 measurements before assembly:

Final Preheater, Pass I, W/Q^2	= 1.3 mm W.G./ $(m^3/h)^2$
" " " III,	6.3
Drop Pipe in Pass III & Converter I	0.2
Electrical Preheater	1.4
Heat Exch., outside	0.2
" " inside, air cooler	
Tier Cooler, Hot Catchpot	} 11.5
" " Cold "	
" " Water Separator	
<u>Total</u>	<u>20.9 mm W.G./$(m^3/h)^2$</u>

For Operating Condition when Starting-Up:

Circulating gas, incl. cold gas, $Q_1 = 2000 m^3/h$, $S_n = 0.18 kg/m^3$.
 Pressure P = 300 atm.
 Mean temp: 15 mV, equals 300°C, equals 573° absolute.
 Pressure drop for resistance to flow:

$$\Delta p = 20.9 \times 2000^2 \times 0.18 \times \frac{1}{1.15} \times \frac{1}{300} \times \frac{1}{288} \times 573 = 0.868 \times 10^5 \text{ mm W.G.}$$

$$= 86800 \text{ mm W.G.} = 8.7 \text{ atm}$$

To this must be added the hydrostatic pressure

in Preheater, Pass I, 3 rising pipes @ 8900 mm kg	= 1.6 atm
" " " III, 5 " " @ 8900 "	= 2.7 "
" Elect. Preheater, 5 " " @ 16000 "	= 3.1 "
" the 4 converters	= 4.0 "
" Heat Exchanger, inlet pass (Hinweg)	= 1.0 "
" Tier Washer	= 0.5 "
<u>Total Pressure Drop</u>	<u>= 21.6 atm</u>

Resistances in Gasoline Converter 1001

After its Shut-Down, 9 January 1941

By Dr. Klinghardt, Gelsonkirchen-Horst, 3 February 1941

The attached diagram shows the resistances in Converter 1001,
 supplementing Dr. Klinghardt's report of 27 January 1941, for the purpose
 of equalizing as much as possible the errors of testing by layers. The
 diagram shows the normal resistance of a new converter of 105 mm W.G.,
 corresponding to a resistance of 15 mm W.G. per layer of catalyst. The

374a

values found in layerwise testing on the dismantled converter average abt. 30 mm W.G. each catalyst layer, although a somewhat greater resistance was found in Layer I, due to crust deposits, while the greatest resistance of 108 mm W.G. is in the lowest Layer VII.

/flcp

3746

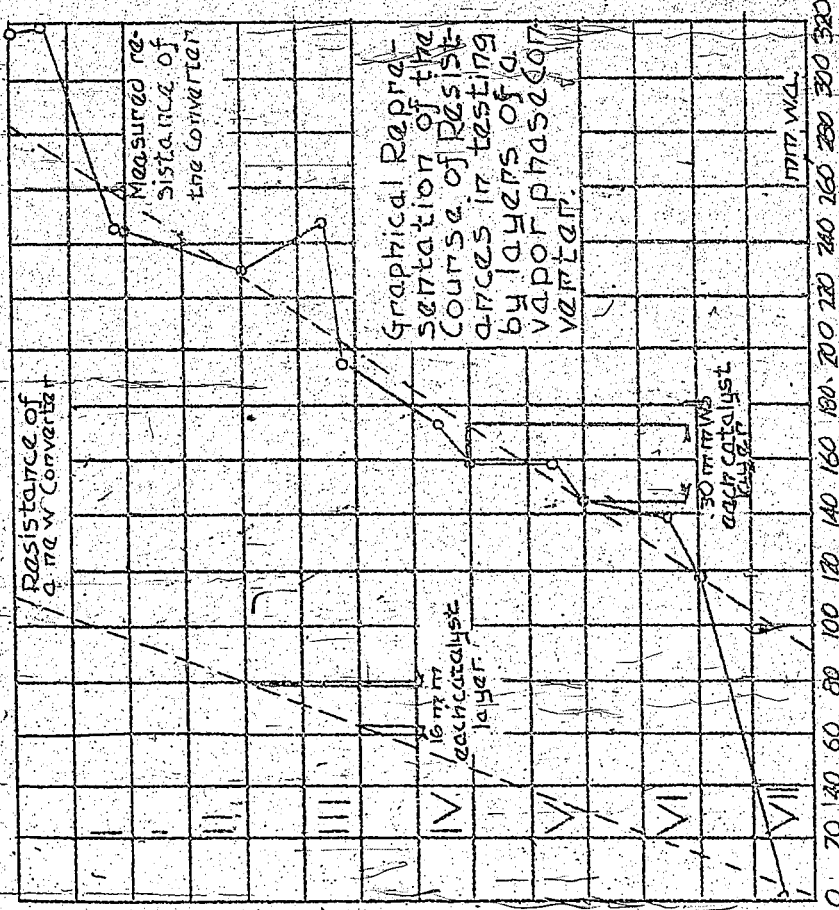
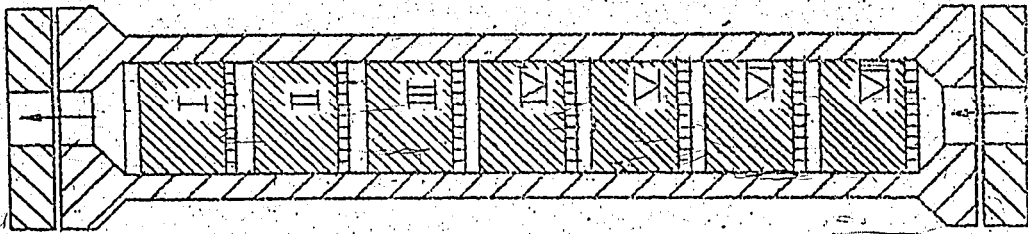


Fig 19

377c

Hochdruckversuche
Lu 558

7. März 1942 Scha/Ki

Zurück an
Verzimmer Dir. Dr. Pier

Der kalorische Wirkungsgrad der Steinkohlhydrierung bei
der Herstellung von Benzin + Heizöl.

In dem Bericht: "Der kalorische Wirkungsgrad der Steinkohlhydrierung" war die Herstellung von L-Benzin und Autobenzin in Bezug auf den Wärmeverbrauch untersucht.

Es ist klar, daß die Herstellung von Heizöl und Benzin (Fahrweise Oberschlesien) höhere Wirkungsgrade ergibt, da einerseits die Produktausbeute größer ist, andererseits der H_2 -Verbrauch niedriger liegt.

Den besten Wirkungsgrad erhält man jedoch, wenn man ohne Gasphase arbeitet, also die Produkte der Sumpfphase als Endprodukte betrachtet: Benzin, Dieselöl und Heizöl, deren Qualität bei dieser Untersuchung untergeordnet sein soll.

Für diese beiden Fahrweisen wurden folgende spezifische Zahlen zu grunde gelegt:

	<u>Sumpf-+Gasphase</u>	<u>Sumpfphase allein</u>
Kohleverbrauch t/t	1,79	1,61
H_2 -Verbrauch m^3/t	2170	1600
Benzin-Erzeugung t	0,464 (L-Bi)	0,20 (Au-Bi)
Heizöl t	0,536	0,48
Dieselöl t	-	0,32
Treibgas t	0,171	0,098
Hy-Gasüberschuss 10^6 kcal	3,2	2,4
Schwelrückstand t	0,229	0,205

Auf der Rechnungsgrundlage des oben genannten Berichts, wobei nur von vornherein mit Breiregeneration gerechnet wurde, ergeben sich folgende kalorische Wirkungsgrade:

33,6

37,2.

- 2 -

370

Es lassen sich auch hier analoge Verbesserungen und damit Erhöhungen des kalorischen Wirkungsgrades vornehmen und zwar

1.) durch Einführung einer Linde-Anlage, in der Restwassergas und H_2 -Gas zerlegt wird. ($\gamma_{H_2} = 39 \%$)

Der Wirkungsgrad steigt auf 39,2 42,6 %

2.) Die Schwelrückstandsverwertung hebt den Wirkungsgrad auf

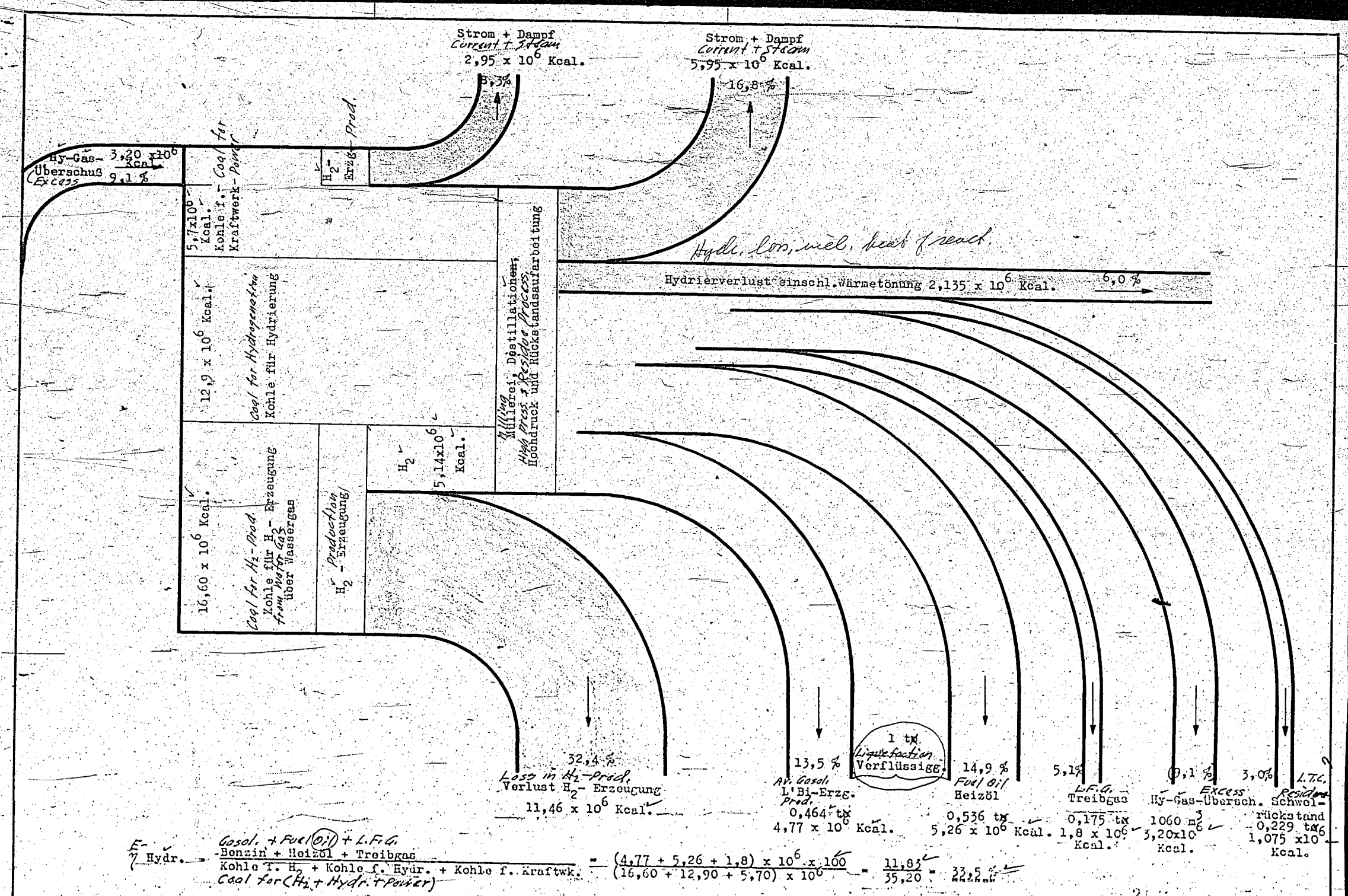
40,6 44,3 %

3.) Die Heißdampfzähler für die Abwärmeverwertung im Abschläm und Produkt steigern die Wirkungsgrade weiter

41,3 45,2 %

gez. Wilde

gez. Schappert



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen am Rhein

Wirkungsgrad der Steinkohle-Hydrierung
 bei Herstellung von L'Bi und Heizöl

Effic. of Bit. Coal Hydr. to ~~Prod.~~ Gasoline & Fuel Oil

Modell

Umsatzrechtsschutz nach DIN 30

T-308

#238
Kalorischer Wirkungsgrad,
bei der Hydrierung von Oberschles.

Kohle.

Bei der Rechnung ist angenommen, dass der Kraftgasbedarf der Hydrierung durch das H₂gas gedeckt wird. Der H₂ wird aus Koks erzeugt. Der Wirkungsgrad bezieht sich auf eingehende Hydrierkohle, Energiekohle und Koks.

Die Energiekohlemenge wurde im Falle Autobenzin berechnet, für die übrigen Fälle abgeschätzt, wobei für 1 t Hydrierkohle 0,384 t Energiekohleverbrauch eingesetzt ist; pro 1000 m³ H₂ entsprechend 0,272 t Energiekohle. Diese Rechnung ist mit einem Fehler von etwa 2% behaftet. Für Nebenanlagen und Wasserwerk sind dem Energiekohleverbrauch 10% zugeschlagen.

Für die B-Phase ist gerechnet mit:

B1 + Mittelöl-Fahrweise 96% Abbau, 24% Vergasung/
verf. Ölgeinn + Vergasung.

mit S'öl-Fahrweise: 96% Abbau, 18,5% Vergasung/
verf. Ölgeinn + Verg.

Bei Breiregeneration erhöht sich der Wirkungsgrad um etwa 1,5%.

19.8.74

376

Kalorische Wirkungsgrade.
(Steinkohle-Hydrierung; oberschles. Kohle)
Bilanz v. 16.11.40 u. 9.10.41)

L-Benzin ⁶⁾	Autobenzin	Autobenzin + Dieselöl 2)	Heizöl + Autobenzin ³⁾	Heizöl + Autobi + Dieselöl ⁴⁾
H ₂ -Verbrauch 3150 m ³	2850 m ³	2460 m ³	1930 m ³	1800 m ³
Hygas-Anfall 7,57·10 ⁶ WE	5,71·10 ⁶ WE	4,98·10 ⁶ WE	3,85·10 ⁶ WE	3,57·10 ⁶ WE
Kraftgas-Bedarf 2,9·10 ⁶ WE	-2,45·10 ⁶ WE	-2,12·10 ⁶ WE	-1,95·10 ⁶ WE	-1,80·10 ⁶ WE
4,67·10 ⁶ WE	3,26·10 ⁶ WE	2,86·10 ⁶ WE	1,90·10 ⁶ WE	1,77·10 ⁶ WE
<u>Eingang:</u> 1000 WE				
Hydrkohle 2,19 t à 27200 = 15 800	1,95 t = 14 000	1,90 = 13 700	1,78 = 12 800	1,75 = 12 600
Energiekohle 1,87 t à 6300 = 11 800	1,67 t = 10 500	1,33 = 9 600	1,32 = 8 350	1,27 = 8 000
Koks 2,36 t à 7500 = 17 700	2,14 t = 16 000	1,85 = 13 900	1,45 = 11 900	1,35 = 11 100
45 300	40 500	37 200	33 050	31 700
<u>Ausgang:</u> 1000 WE				
1 t L-Bi à 10300 = 10 300	1 t Autobi à 10300 10 300	0,40 t Autobi 4 220	0,5 t Autobi 5 150	0,28 t Autobi 2 880
4,63·10 ⁶ WE netto = 4 670	3,26·10 ⁶ WE netto = 3 260	0,60 t Dieselöl à 10300 = 6 190	0,5 t Heizöl à 9200 = 4 600	0,220 t Dieselöl 2 270
2 · 10 ⁶ WE RWG = 2 000	1,8·10 ⁶ WE RWG = 1 800	2,86·10 ⁶ WE netto 2 860	1,9·10 ⁶ WE netto = 1 900	0,500 t Heizöl 4 600
16 970	15 360	1,55·10 ⁶ WE RWG 1 550	1,32·10 ⁶ WE RWG = 1 320	1,77·10 ⁶ WE netto 1 770
$\eta = 37,4\%$	$\eta = 37,9\%$	14 720	12 970	1,25·10 ⁶ WE RWG 1 280
		$\eta = 39,6\%$	$\eta = 39,2\%$	12 770
				$\eta = 40,2\%$

- Fussnote:
- 0,75 t Koks/1000 m³ H₂
 - 0,4 t Autobi + 0,6 t Dieselöl
 - 0,50 t Autobenzin + 0,5 t Mittelöl
 - 0,28 t Autobenzin + 0,22 t Dieselöl + 0,5 t Heizöl
 - 1000 m³ H₂ = 0,272 t Energiekohle f. H₂
1,0 t Hydrkohle = 0,384 t Energiekohle f. Hydrierung + 20 % f. Nebenanlagen.
 - Bei Brei regeneration steigt der Wirkungsgrad um etwa 1,5%.

KCBraun
4-8-47

Calorific Efficiency of Bituminous Coal
Hydrogenation to Gasoline and Fuel Oil
By Dr. Wilde & Dipl. Ing. Schappert
Ludwigshafen, 7 March 1942
(See also T-139)

The production of aviation- and auto-gasoline in relation to heat consumption was investigated in "The Calorific Efficiency of Bituminous Coal Hydrogenation" (T-139).

It is clear that the production of fuel oil and gasoline (Silesian operating method) will give higher efficiencies, since the yield is greater and the H₂-consumption is lower.

But the greatest efficiency is obtained without the vapor phase, i.e. if the products of the liquid phase are considered the end products, gasoline, diesel oil and fuel oil, whose quality is to be subordinated in this investigation.

These two processes are based on the following specific figures:

		Liquid + Vapor Phase	Liquid Phase Alone
Coal Consumption	t/t	1.79	1.61
H ₂ -Consumption	m ³ /t	2170	1600
Gasoline Production	t	0.464 (av. gas.)	0.20 (auto gas.)
Fuel Oil	t	0.536	0.48
Diesel Oil	t	--	0.32
L.F.G. (Liq. Fuel Gas)	t	0.171	0.098
Hy-Gas Excess	10 ⁶ kcal	3.2	2.4
L.T.C. Residue	t	0.229	0.205

On the basis of calculation of T-139, wherein only paste heat exchange was figured on from the start, the following calorific efficiencies are derived:

	Liquid + Vapor Phase	Liquid Phase Alone
	33.6	37.2

Analogous improvements may be made and consequent increase in calorific efficiency obtained here also:

- 1) by the introduction of a Linde plant, in which the residual water gas and H₂ are decomposed, (E of H₂ = 39%), the efficiency rises to 39.2 and 42.6%
- 2) by utilizing the L.T.C. residue, the efficiency rises to 40.6 and 44.3%.
- 3) The live steam cooler for utilizing the waste heat in the letdown and product raises the efficiency further to 41.3 and 45.2%.

/fkp

379a

EFFICIENCY OF BIT COAL HYDR. TO GASOLINE & FUEL OIL

LOESSIN H
PEOD. 11.46
x 10⁶ KCAL

AV. GAS PRO
0.464 T
4.77 x 10⁶ K

FUEL OIL
1.536 T
x 10⁶ KCAL

L.F.G. 0.171
1.5 x 10⁶
KCAL

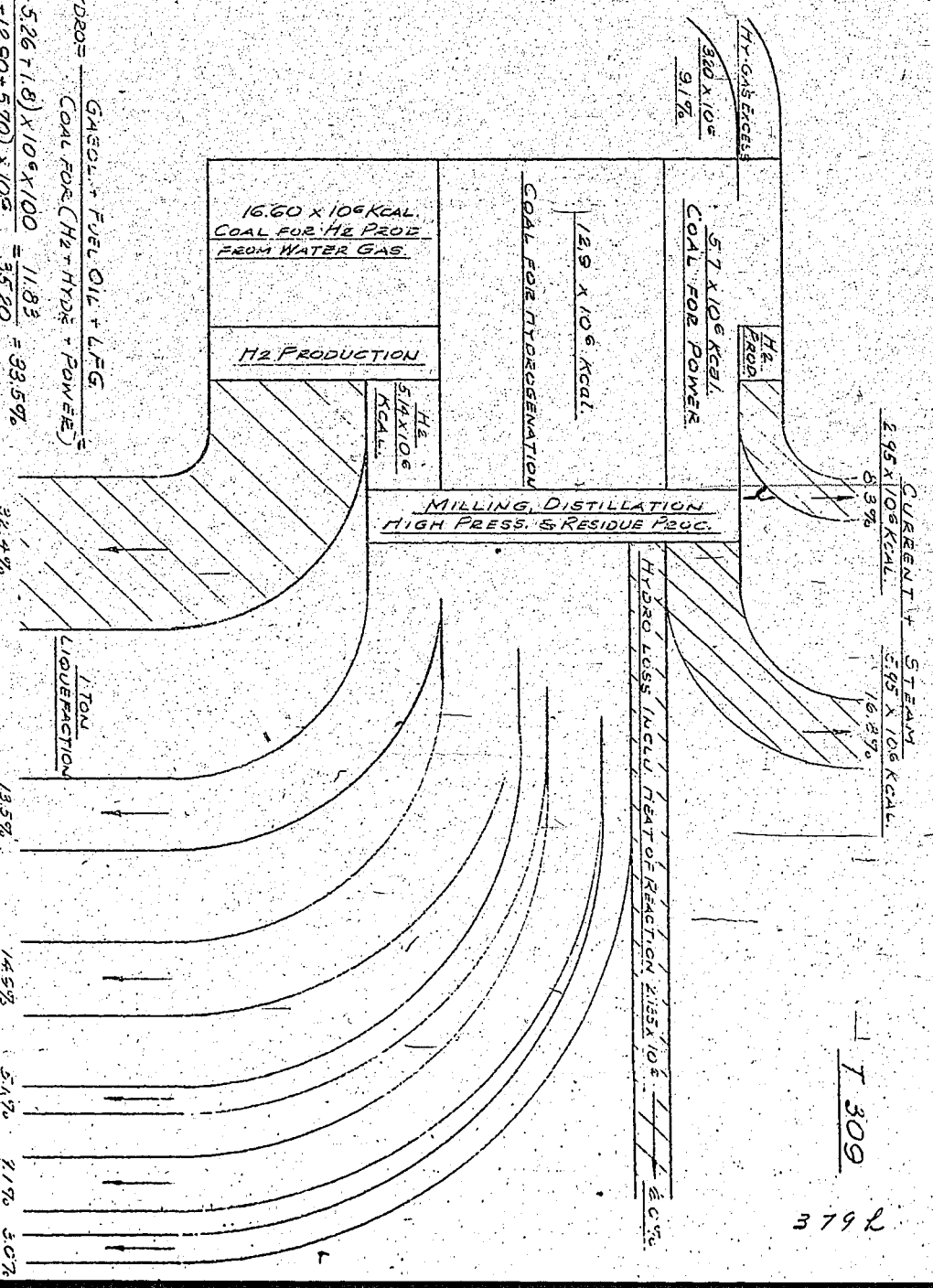
HY-GAS EXC
1060 m³
3.20 x 10⁶ K

L.T.C. RESIDUE
0.229 T
1.075 x 10⁶ K

$$E-HYDRO = \frac{\text{GASOL. + FUEL OIL + L.F.G.}}{\text{COAL FOR (H}_2\text{ + HYD. + POWER)}} \times 100$$

$$= \frac{(4.77 + 5.26 + 1.8) \times 10^6 \text{ Kcal}}{(16.60 + 18.90 + 5.70) \times 10^6 \text{ Kcal}} \times 100 = 33.59\%$$

EFFICIENCY OF BIT COAL HYDRO. TO GASOLINE + FUEL OIL
 LOSSES IN H₂ PROD. 11.46%
 AV. GAS PROD. 0.464 T
 4.77 x 10⁶ Kcal
 FUEL OIL 1.536 T, 5.26 x 10⁶ Kcal
 L.F.G. 0.175 T, 1.8 x 10⁶ Kcal
 HY-GAS EXCESS 1.060 m³, 3.20 x 10⁶ Kcal
 L.T.C. RESIDUE 0.229 T, 1.075 x 10⁶ Kcal



I 309

3792

25. 2. 1942. Rk/Pf. ⁴⁵

Filter

Report
Aktennotiz

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

über den Besuch in Welheim am 25.2.42.

Es wurden uns Auskünfte erteilt von den Herren

Obering. Richter,
Dr. Schmitz,
Bömelburg,
Dobelstein.

*Coal dust (100 atm)
Coal dust - 1:2 part, coal
ash for coal - 50% dust*

Bei dem Ludwigshafen zur Verfügung gestellten Versuchsfiler handelt es sich um ein Kerzenfilter, bestehend aus 12 Kerzen mit zusammen 8,2 m² Filterfläche. Das Fassungsvermögen des Filtergehäuses beträgt 2,7 m³. Die Konstruktion des Filters ist aus beiliegender Skizze A und B zu ersehen. Die Kuchenausstragsvorrichtung des Filters wird nicht mitgeliefert und muß von uns neu angefertigt werden. Ebenso ist Welheim nicht in der Lage, Zusatzapparaturen (Pumpen, Gefäße, Armaturen usw.) abzugeben, da diese Teile für den Einbau eines anderen Versuchsfilters in Welheim wieder benötigt werden, lediglich Ersatzfiltersteine können entbeht werden.

Welheim hat in letzter Zeit wesentliche Verbesserungen an der Kuchenausstragsvorrichtung vorgenommen. An Stelle des früher verwendeten Abschlußschiebers trat ein Pilzverschluß, der mit Stickstoff an den scharfkantigen Sitz angedrückt wird. Es ist beabsichtigt, in

① Zukunft an Stelle des Druckstickstoffs Drucköl zu verwenden, um zu vermeiden, daß durch Stickstoffausfälle Störungen auftreten. Der Hub des Pilzes beträgt 220 mm.

Das abgeworfene Kuchen fällt durch den geöffneten Verschluss in ein unter Inertgas (CO₂) stehendes Gehäuse, aus welchem er pulverförmig durch einen Abstreifrührer über eine Schurre auf einen Redlerförderer geworfen wird. Auch der Redlerförderer steht unter Inertgas. Zur Verringerung des Verschleißes ist der Redler mit Panzerplatten geschützt. Das Förderband bringt den Filterrückstand über einen Verteiler in 2 Büttner - Schwalztrommeln. Der Filterrückstand enthält ca. 30 % Öl, der daraus gewonnene Schwalrückstand ca. 0,3 % Öl und 30 % Asche. Der Schwalrückstand geht ins Kesselhaus zur Verfeuerung.

Das Kerzenmaterial (Quarzschanotte) wird von der Firma Schumacher in Bietigheim geliefert. Welheim hat verschiedene Porengrößen (BRG 50, BRG 40, BRG 30 und Ultra) ausprobiert. Zur Zeit ist das Filtermaterial BRG 40 im Gebrauch, das 36 % Porenraum aufweist und eine Wasserdurchlässigkeit von 100 Ltr. in 100 Sekunden bei 1 atm Überdruck besitzt. Im Vergleich dazu läßt Ultramaterial 100 Ltr. Wasser in 200 Minuten durch, was eine starke Leistungsverminderung mit sich bringt. Bezüglich Reinheit des Filtrates ist für Welheim BRG 40-Material ausreichend. Undichtigkeiten der Filterkerzen kommen in Welheim kaum vor, allerdings muß die Spannfeder beim Zusammenbau so stark wie möglich angezogen werden. Die Dichtungen zwischen den Ringen (Klingrit) werden vor dem Einlegen in Wasserglas getaucht. Ein Weglassen der Drahtarmierung an den Ringen ist nach den Erfahrungen von Welheim nicht zulässig, weil sonst zu leicht Sprünge auftreten. Bei neueren Kerzen wird der Draht spiralförmig über die ganze Kerzenlänge gewickelt. Außerdem sind Versuche geplant mit Kerzen aus längeren Elementen (5-6 verkittete Ringe). Die Lebensdauer der Kerzen beträgt 1000-1500 Filtrationen, wobei bei einer Filtration 4 Tonnen Rohaufschluß pro Filteraggregat (22 m² Filterfläche) durchgesetzt werden. In der Stunde werden durchschnittlich 3 Filtrationen durchgeführt, was einer Filterleistung von ca. 500 kg Rohaufschluß pro m² Filterfläche und Stunde entspricht. Die verbrauchten Kerzen können bis jetzt nicht regeneriert werden und werden verworfen. Die ausgebauten Kerzen zeigen nur ganz geringen Rückstandsansatz zwischen den Drahtringen. Es wird auf 1,5 - 2 cm Kuchendicke filtriert, der kleinste Abstand zwischen den Kuchenschichten beträgt dann ca. 6 cm.

Der Rohaufschluß wird unverdünnt filtriert und enthält ca. 10 % Rückstandskohle und 24 % Bitumen. Die Filtrationstemperatur ist 140 - 160°. Das Produkt wird vom Hochdruck heiß in die mit Rührer versehenen Rohaufschlußbehälter entspannt. Eine eigene Aufheizung ist nicht vorgesehen, durch verlegte Heizschlangen wird die Abstrahlungswärme gedeckt. Die Gasabzüge der Rohaufschlußgefäße kommunizieren mit den Gasabzügen der Reinfiltratbehälter. Rohaufschluß wie Waschlösungsmittel werden im Kreislauf gepumpt, um Absetzungen zu vermeiden. Der Rohaufschluß wird mit Kolbendampfpumpen System Atlas (Schiffspumpen) von rund 200 m³ Leistung pro Stunde, das Waschlösungsmittel mit mehrstufigen Kreiselpumpen gefördert.

An den Kreisläufen hängen die Filteraggregate im Nebenschluß (siehe Abbildung C der Anlage).

Es sind 3 Filteraggregate zu je 32 Kerzen und 22 m² Filterfläche vorhanden. Der Filtrationsdruck beträgt 4 atm, die Filter arbeiten mit Überlauf, dessen Menge durch eine Blende begrenzt wird. Die eigentliche Filtrationszeit beträgt bei einer Gesamtdauer von 17-20 Minuten 3-6 Minuten je nach Alter der Kerzen. Das Waschfiltrat geht in den Hochdruck als Antriebsöl zurück. Das Abwerfen geschieht mit Kohlensäure bei 7,5 - 8 atm. Bei möglichst schlagartigem Abwurf kann der Abwurfdruck auch gesenkt werden. Für den Abwurf ist ein Schnellöffnungsventil in Betrieb. Die Regeneration (Spülung) des Steines erfolgt während des Neufüllens mit Kohlaufschluß durch Kohlensäurezugabe von innen nach außen. Füll- und Entleerungszeiten werden einerseits im Hinblick auf die Leistung und andererseits wegen Schädigung des Filters durch Austrocknung möglichst klein gehalten. Die Füllzeit soll ca. 2 Minuten betragen. Bei Stilllegung wird das Filter mit Mittelöl gefüllt. Die Bedienung der Ventile erfolgt durch Handräder, wozu je Filter 2 Mann erforderlich sind. Der Kohlensäureverbrauch liegt bei 700 m³/Stunde pro Filteraggregat. Welheim hat Mangel an Kohlensäure und erwägt Reinigung und Rückführung der verbrauchten Kohlensäure.

Die 2 Büttner-Trommeln zur Entölung des Filterrückstandes leisten 1,5 to/Std. Durchsatz und arbeiten infolge konstruktionsbedingter Undichtigkeiten nicht sehr befriedigend. Welheim will sie durch eine andere Bauart ersetzen.

Das Abtoppen des Reinfiltrats geschieht in 2 Stufen. Die erste Stufe dickt bis 50 % Bitumengehalt ein, die 2. Stufe auf 100%iges Bitumen (220° Erweichungspunkt). Dazu werden Vakuum-Rührblasen verwendet, die diskontinuierlich arbeiten. Die Vorheizung geschieht in gasbeheizten, wagerecht verlegten Rohrschlangen. In letzter Zeit ging man zu kontinuierlicher Fahrweise (kurze Kolonne) über, die in der 2. Stufe noch im Versuchsstadium steht. Dabei wird auf Standhaltung in der Kolonne verzichtet. Das Bitumen wird in einer Wasserrinne granuliert und auf einem Schwingsieb entwässert.

Ein geringer Wassergehalt des Granulats stört nicht, da die Elektrodenkokszerzeugung auf einer benachbarten Kokerei sowie unter Wasserdampfzusatz erfolgt.

Bezüglich Entwicklung eines kontinuierlichen Druckfilters steht Welheim weiterhin mit einer Spezialfirma (vermutlich Imperial) in Zusammenarbeit. Die Verwendung von Filterhilfe wird von Dr. Schmitz verworfen, einerseits wegen Schwierigkeit gleichmäßiger Verteilung auf den Karzen, andererseits aus Wirtschaftlichkeitsgründen.

Welheim erklärt sich bereit, die für die Aufstellung der Filterstation in Ludwigshafen noch notwendigen Auskünfte zu geben und bietet an, einen Herrn für die Anfahrt nach Ludwigshafen zu entsenden.

gez. Bank
Orth

1 Anlass:

T-301

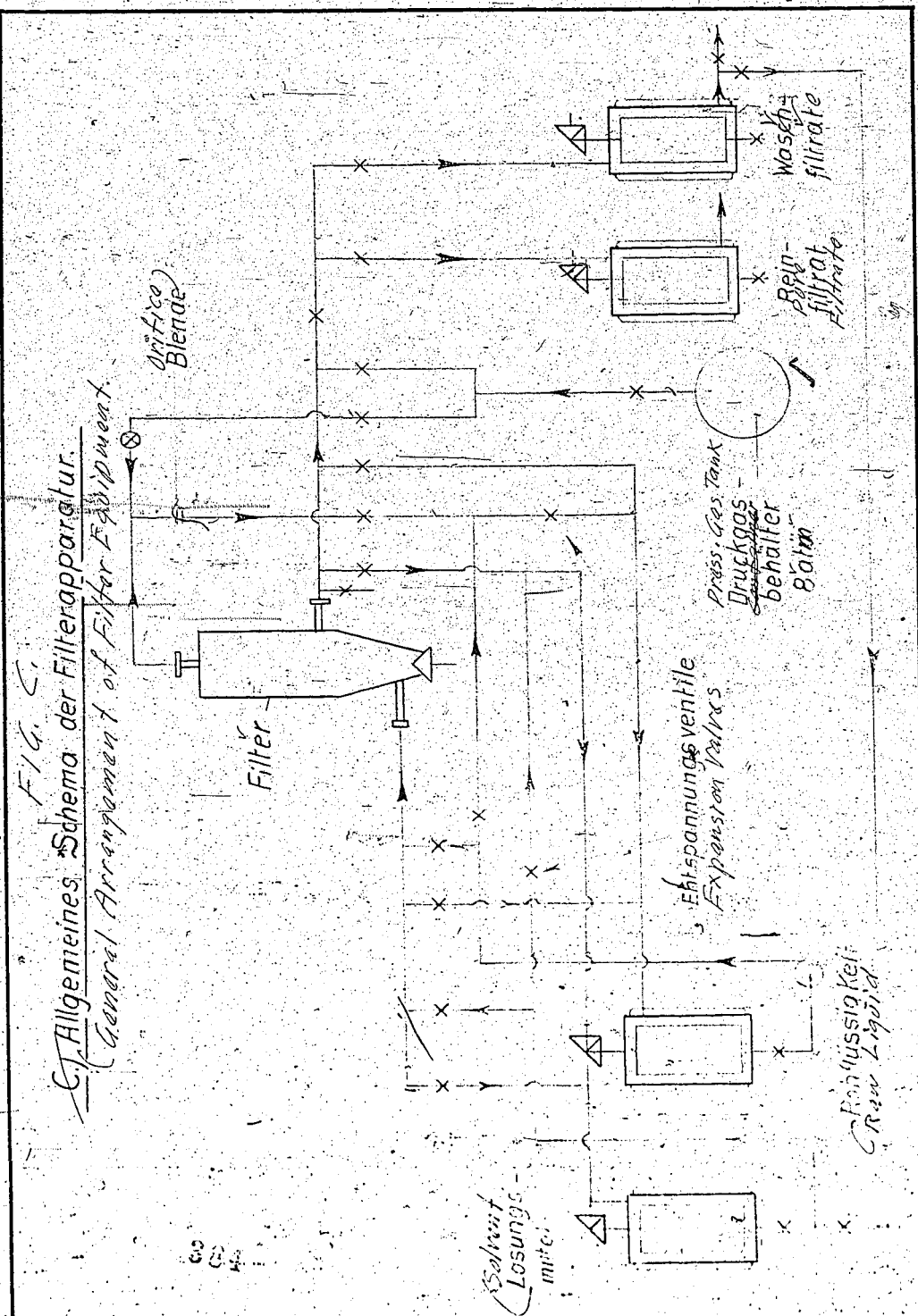
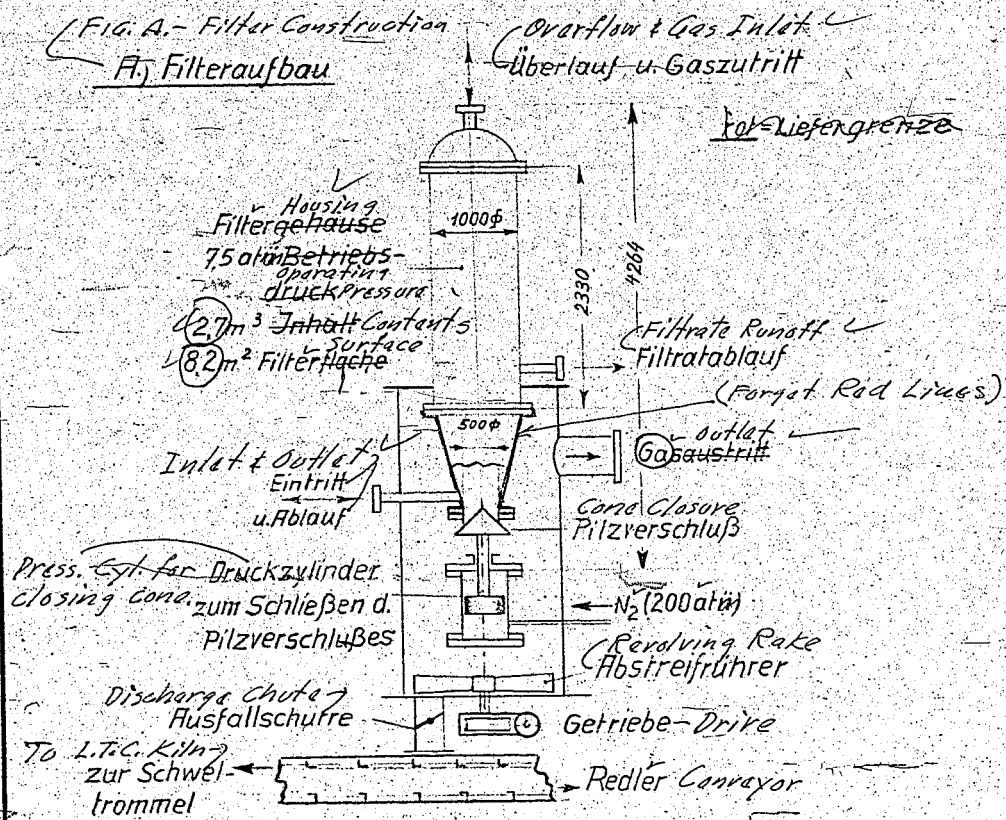


FIG. 5.
 Allgemeines Schema der Filterapparatur.
 (General Arrangement of Filter Equipment.)

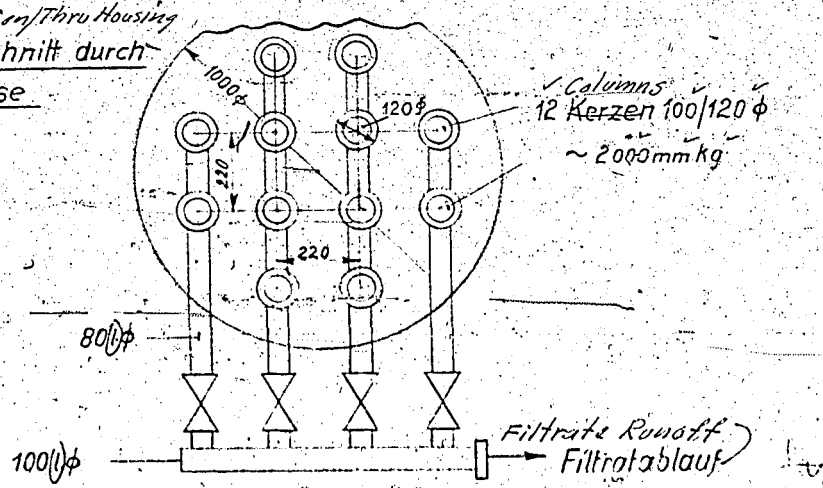
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Reg. 3. 3. 42 Name <i>W. W.</i>	Maßst. /	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	RSK6247/16
--	-------------	---------------------------------	------------

Experimental Column Filters, Welheim.
Versuchskerzenfilter Welheim.

(FIG. A. - Filter Construction)
A.) Filteraufbau



(FIG. B. - Section Thru Housing)
B.) Querschnitt durch Gehäuse



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

T-301.

KCBraun
4-2-47

FILTRATION OF COAL EXTRACT AT WELHEIM

By Rank & Orth, Ludwigshafen
25 February 1942

(Report of a visit to Welheim)
(See also T-177 and T-206)

The experimental filter put at our disposal is a column filter (Kerzen) consisting of 12 columns with a total filter surface of 8.2m^2 . The capacity of the filter housing is 2.7m^3 . The construction of the filter is illustrated in attached Figures A and B.

Welheim has recently made some fundamental improvements on the filter cake discharge device. The shut-off gate valve formerly used has been replaced by a mushroom closure (cone) held against the sharp edged seat by nitrogen pressure. It is intended to replace the nitrogen by oil pressure to avoid trouble by nitrogen failure. The lift of the cone is 220 mm.

The discharged cake drops thru the opened closure into a container under inert gas (CO_2) pressure, from which it is discharged into a Redler conveyor thru a chute by a revolving rake. The Redler conveyor is also under CO_2 pressure. The Redler conveyor is protected against wear by reinforcing plates. The conveyor delivers the filter residue thru a distributor into two (2) Büttner L.T.C. Kilns. The filter residue contains about 30% oil, the kiln residue recovered from it about 0.3% oil and 30% ash. The kiln residue goes to the boiler house for fuel.

The column (filter) material is a quartz refractory, furnished by Schumacher, Bietigheim. Welheim has tried out several pore sizes, BRG 50, 40, 30 and Ultra. At the present time, BRG 40 is in use. It has 36% pore surface and will pass 100 liters of water in 100 seconds at 1 atm absolute pressure. By comparison, the Ultra material will pass 100 liters in 200 seconds, which means a 50% decrease in capacity. Welheim is satisfied with the purity of the BRG 40 filtrate. Leaks in the filter columns hardly ever occur at Welheim, although the tension spring must be drawn as tight as possible in assembly. The seals between the rings (Klingorit) are dipped in water glass before assembly. Experience at Welheim has shown that the wire reinforcement on the filter column rings cannot be dispensed with, because they will crack too easily, otherwise. In new columns the wire is wrapped spirally over the entire length of the column. Experiments with columns of longer elements, 5 to 6 cemented rings, are also planned.

The life of the columns is 1000-1500 filtrations, wherein four (4) tons of raw feed per filter unit of 22m^2 filter surface is processed per filtration. An average of three (3) filtrations per hour are made, which

385 a

corresponds to a filter capacity of about 500 kg. of raw feed per m² filter surface per hour. The used filter elements have not been successfully regenerated, so far, and are thrown away. The dismantled columns show only very little deposit of residue between the wire rings. Filtration is done to a cake thickness of 1.5 to 2 cm, the smallest distance between the cake layers is then about 6 cm.

The raw feed is filtered undiluted and contains about 10% residue coal and 24% bitumen. The filtration temperature is 140 to 160°C. The hot material is discharged from high pressure into raw feed containers provided with agitators and heating coils to supply the heat lost in radiation. The gas off-takes from the raw feed containers communicate with the gas off-takes from the pure filtrate containers. Raw feed, as well as wash solvent, are recirculated to prevent settling. The raw feed is conveyed by Atlas steam pumps of a capacity of about 200 m³/h and the wash oil by multi-stage centrifugal pumps. The filter units are connected to the circulating lines as shown in Figure C.

Three filter units of 32 columns and 22 m² filter surface each are available. The filtration pressure is 2 atm. The filters operate with an overflow limited by an orifice (Blende). The filtration time proper is from 3 to 6 minutes with a total operating time of 17 to 20 minutes, depending upon the age of the columns. The wash filtrate is returned to high pressure as pasting oil. The filter cake is expelled with CO₂ @ 7.5 to 8 atm. This pressure may be lowered if the cake is expelled with a sudden shock. A rapid-opening valve is used for this. The bricks (filter elements) are flushed during refilling of raw feed by applying CO₂ pressure from the inside to the outside. Filling and emptying times are kept as low as possible to keep up the capacity and prevent damage to the filter by drying out. The filling time should be about 2 minutes. When the filter is shut down it is filled with middle oil. The valves are operated by hand wheels, for which 2 men per filter are required. The CO₂ consumption is 700 m³/h/filter unit. Weibull is short on CO₂ and is considering cleaning and recycling of the used CO₂.

The two (2) Büttner kilns for deciling the filter residue have a capacity of 1.5 t/h and do not operate very satisfactorily because of leaks inherent in the construction. Weibull proposes to replace them by another type.

The topping of the pure filtrate is done in two (2) stages. In the first stage it is concentrated to 50% bitumen content, in the second to 100% bitumen @ 220°C softening point. Discontinuous vacuum agitation is used for this. The preheating is done in horizontal gas heated pipe coils. Continuous operation (short column) has recently been adopted, though the second stage is still in the experimental stage. Holding the level in the column is waived herein. The bitumen is granulated in a water trough and drained on a vibrating screen. A small water content of the granulate does no harm, because the electrode coke is made by adding steam anyway.

In cooperation with a filter manufacturer, presumably Imperial, Weibull is developing a continuous pressure filter. Dr. Schmitz rejects the use of a "filter aid", or filtering agent, because of the difficulty of its equal distribution on the columns and for economic reasons.

EXPERIMENTAL COLUMN FILTERS WILHEIM

FIG. A FILTER CONSTRUCTION

T-301

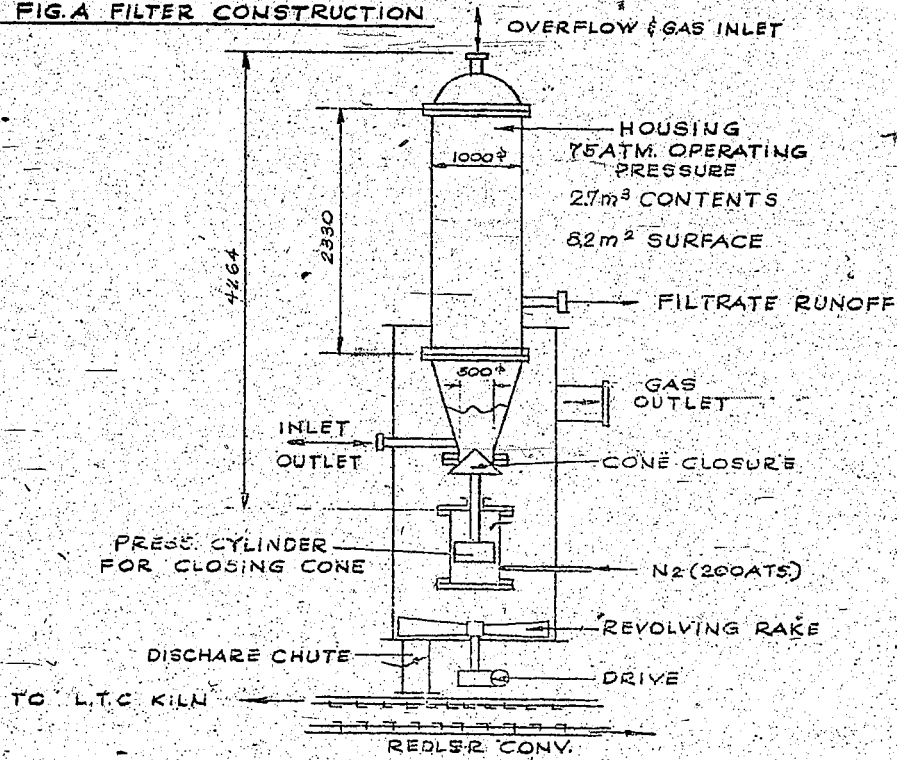
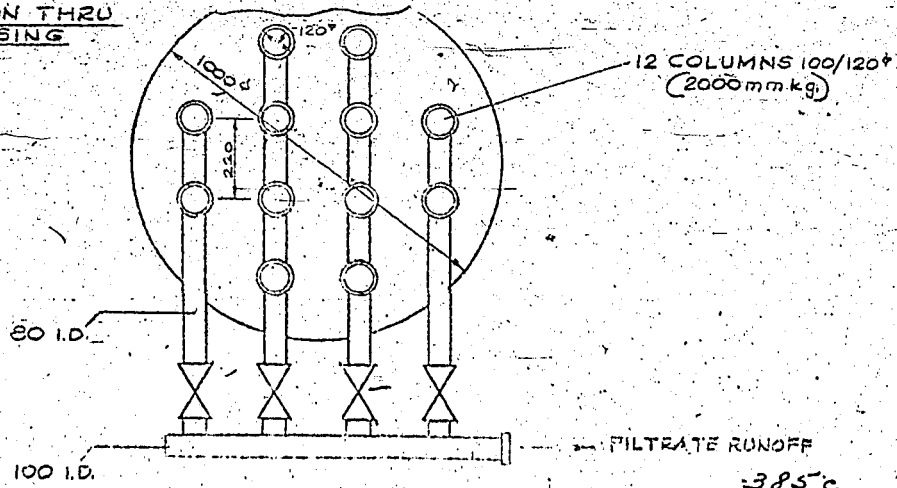


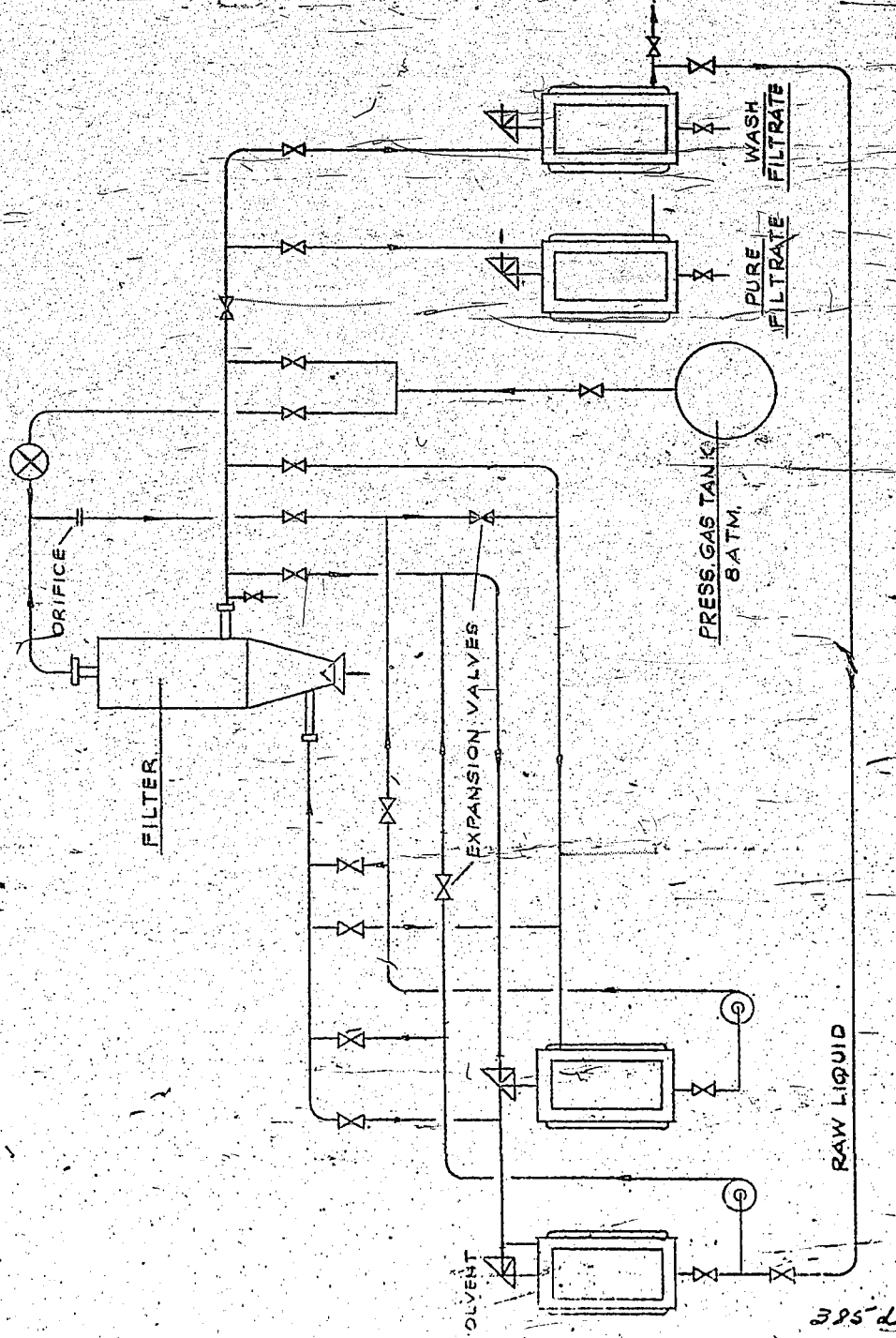
FIG. B SECTION THRU HOUSING



T-301

FIG. C

FIG. C
GENERAL ARRANGEMENT OF FILTER EQUIPMENT



LPH-85 T-278

Hochdruckversuche
Lu 558

27. Januar 1942 Pf/Eb

Anmeldungsentwurf.

Verfahren zur Veredlung von Kohle.

Es ist bekannt, daß man feste Kohlensubstanz wie Steinkohle, Braunkohle u.s.w. unter Hydrierbedingungen also bei Temperaturen zwischen 400° - 500° und unter erhöhtem Druck in Gegenwart vorwiegend aromatischer bzw. Hydroaromatischer Kohlenwasserstoffe weitgehend in nichtflüssiges lösliches oder schmelzbares Bitumen überführen kann, wenn man weniger Wasserstoff anwendet, als zur Überführung der Kohle in flüssige Kohlenwasserstoffe nötig ist bzw. wenn man die Kohle ohne Zugabe von Wasserstoff mit solchen Kohlenwasserstoffen behandelt, welche wie Tetralin bei den Hydriertemperaturen Wasserstoff abzugeben vermögen.

Aus den erhaltenen Umsetzungsprodukten, die durch Filtration auch aschefrei gemacht werden kann, wird das Anreibeöl durch Destillation wieder gewonnen und kehrt in den Kreislauf zurück. Um diese Zurückgewinnung zu erleichtern verwendet man zur Anpassung vorwiegend leichter siedende Kohlenwasserstoffe, z.B. Leichtöle von $140-220^{\circ}$ oder Mittelöle etwa von $200-300^{\circ}$ an oder senkt bei höher siedenden Ölen die Siedetemperatur durch Vakuum, oder Wasserdampfdestillation, sodaß zwischen dem Siedende des Anreibeöls und der beginnenden Destillation bzw. Zersetzung des gewonnenen Bitumens noch eine Lücke bleibt.

Das erhaltene bituminöse Produkt ist in seinem Anwendungsbereich natürlichem Bitumen oder Destillationsrückständen ähnlich. Unter anderem wird es auch verschwelt und kann hierbei je nach Kohlensorte und Wasserstoffangebot bis zu 60% Teer ergeben. Weiter eignet es sich als Binde- und Kittmittel beim Brikettieren, Schwelen oder Verkoken schlecht oder nicht backender Kohle, Feinkoke, wobei aus dem Bitumen der volle Teeranteil mitgewonnen wird.

Die innige Vermischung des Bitumens mit den zu verbackenden Kohlen oder dem Feinkoks sowie das Verfertigen der erhaltenen Presslinge wird erleichtert und verbessert, wenn das Bitumen einen Erweiterungspunkt nicht über 120° , zweckmäßig von nur $50-90^{\circ}$ besitzt. Man kann ein solches Bitumen durch längere Verweilzeit und etwas höheres Wasserstoffangebot zwar direkt aus der Kohle erzielen. Zwecks besserer Ausnutzung der Hochdruckapparatur ist es vorteilhafter, mit geringeren Verweilzeiten und entsprechend höheren Temperaturen und Drücken, z.B. über 450° u. 600 atm, also mit erhöhten Durchsätzen zu arbeiten, wodurch einige Bitumina mit höheren Erweichungspunkten anfallen. Um die Bitumina für die Brikettierung geeigneter zu machen, gibt man wieder eine entsprechende Ölmenge hinzu, bis der Erweiterungspunkt, z.B. von 70° erreicht ist oder belässt von vornherein einen Teil des zum Anreiben der Kohle verwendeten Oles, z.B. $10-20\%$ in dem Bitumen, wodurch der gewünschte Erweiterungspunkt sich ebenfalls einstellt.

7 Pastet man z.B. die Kohle mit einem aromatischen von 200° - 300° siedenden Mittelöl im Verhältnis $1:1$ an und arbeitet mit einem H_2 Angebot von $0,5$ cbm/ je kg Kohle bei 460° und 600 atm mit einem Kohledurchsatz $1, 1,5$, so müssen rund $10 - 15\%$ des verwendeten Mittelöls im erhaltenen Bitumen belassen werden, um den Erweichungspunkt, der im Ölfreien Bitumen bei etwa 110° liegt auf 75° zu senken. Arbeitet man ohne Wasserstoff mit einem Mittelöl, das Tetralin und Homologe als Wasserstofflieferant enthält, so erhält man auch bei geringeren Durchsätzen nur Erweichungspunkte um 206° und höher im Ölfreien Bitumen. Man muß in diesen Falle bis zu 40% Öl wieder zufügen bzw. eine entsprechende Menge beim Abdestillieren des Anpastungsöles darin belassen. Noch höher müssen die Ölanteile im Bitumen gehalten werden, wenn man bitumenreiche Kohle nur mit höher siedenden, aromatischen Kohlenwasserstoffen druckerhitzt, bzw. extrahiert, um ein Brikettierbindemittel zu erhalten.

7 Dieser Ölanteil wird zunächst der bei der Bitumengewinnung im Kreislauf bewegten Ölmenge entzogen, erscheint aber bei der Verkohlung und Verkokung der Briketts, wenigstens soweit es sich um destillierbare Öle handelte, im Schmelteer größtenteils wieder,

aber nun in Mischung mit dem aus der Kohle und dem Bitumen durch Zersetzung entstandenen Teer. Durch Destillation des Teeres ist eine Trennung nicht mehr möglich, man ist also, um den Verlust zu decken, gezwungen ein Gemisch des ursprünglichen Anpassungsöles mit dem Schwelteerdestillat zurückzuführen, da ein dauernder Zu-
lauf von Frischöl undurchführbar ist und das ganze Verfahren un-
möglich machen würde. Bei der fortlaufenden Ergänzung solcher Öles
stellte es sich heraus, daß die aus dem Schwelteer herausdestillier-
te Ölfraktionen nicht mehr die gute Lösefähigkeit für die Kohlen-
substanz besitzen, und auch größere Verlust im Hochdruckteil ent-
stehen, sodaß bei fortlaufendem Betrieb der Abbau der Kohle und
damit die Bitumenausbeute immer mehr zurück geht. Als Grund für
dieses ungünstige Verhalten kann z.T. die Anwesenheit von Paraffin-
Kohlenwasserstoff verantwortlich gemacht werden, die z.B. bei Ver-
wendung junger Kohlen und Braunkohlen in größerem Prozentsatz vor-
handen sein können, z.T. sind es ungesättigte Kohlenwasserstoffe
und Ölharze welche mit der Kohlensubstanz zusammen kondensieren
und polymerisieren, oder Koks bilden, sodaß die Anreiberverluste
besonders beim Arbeiten ohne Wasserstoff erheblich werden.

Weiter geht auch die Filtrierfähigkeit zurück, was die Her-
stellung von aschefreiem Bitumen und Elektrodenkoks erheblich er-
schwert.

Es wurde nun gefunden, daß man ein für die Bitumenherstellung
brauchbares Anpassungsöl fortlaufend in genügender Menge erhält,
wenn man den Teer, der beim Schwelen solcher mit Bitumen versetzten
Kohlen oder Kribetts anfällt, nicht durch eine normale Destillation
zerlegt, sondern einer Druckdestillation unterzieht, wobei die
bituminösen und hochmolekularen Anteile bis zum Koks aufgespalten
werden.

Beispiel.

Zweckmäßig wird der Teer zunächst filtriert, um den an sich
nicht hohen Aschengehalt noch weiter zu senken; die Filtration ver-
läuft leicht. Der noch etwa 0,1 - 0,15 % Asche enthaltende Teer
wird dann bei 3-25 atm über einem Röhrenerhitzer, der denselben
auf 450 - 525 aufheizt, einem unbeheizten aber gut isolierten

Druckbehälter zugepumpt, wobei gleichzeitig durch ein 450 - 600° vorgeheiztes Hilfgas, wie das im Kreislauf geführte Schwelgas selbst oder Stickstoff, Wasserstoff oder Wasserdampf die restliche Zersetzungswärme ergänzt wird. Die in destillierbarer Form vorhandenen Öle sowie die durch Spaltung aus den hochmolekularen Kohlenwasserstoffen und den Teerbitumina entstandenen aromatenreichen Öldämpfe werden mit den Spülgasen abgeführt und unter Druck kondensiert; der Rest ist ein ziemlich dichter harter und aschenarmer koksartiger Rückstand, der für metallurgische Zwecke und besonders als Elektrokoks für die Aluminiumfabrikation sehr gut geeignet ist, nachdem er durch eine drucklose Nacherhitzung auf Temperaturen über 850° von dem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen befreit und leitfähig gemacht worden ist.

Die Ausbeuten an Koksrückstand und Druckdestillat sind etwas verschieden je nach Kohlensorte, Schwelssystem und Bindemittel. Ist der Schwelteer z.B. in einem Spülgasofen erzeugt aus schlecht backender, gasreicher Steinkohle mit mehr als 35 % flüchtigen Anteilen und wurde als Bindemittel für die eingesetzten Briketts 12 % eines Hydrierbitumens verwendet, das durch unvollständige Hydrierung derselben mit einem aromatischen Mittelöl angetriebenen Kohle hergestellt war und noch 15 % Anreiböl enthält, so stammen etwa 60 % des Teeres aus der Kohle und rund 40 % aus dem anreiböhlhaltigen Bitumen. Wird dieser Teer bei 490°-520° und 10 atm Druck mittels H_2 als Hilfgas druckdestilliert, so erhält man die vorhandenen meist aromatische Destillate nahezu quantitativ wieder, die hochmolekularen auch paraffinischen Kohlenwasserstoffe, die Olharze und Ungesättigten, und die Huminsäuren werden durch den Druck an abdestillieren verhindert und spalten auf unter Bildung leicht destillierbarer, stabiler, wasserstoffarmer Kohlenwasserstoffe, die auch Phenole enthalten und einem koksartigen Spaltrückstand, der sich in der Spaltkammer, die wechselweise betrieben wird, ansammelt.

Aus 100 Teilen des eingesetzten filtrierten Spülgasteeres, der einen Stockpunkt von - 27°, einen Asphaltgehalt von 8,8% und einen Mittelölanteil von 16,8% (bis 300° übergehend) hatte, wurden z.B. folgende Ausbeuten erhalten.

64,5 % als Heizöl gut brauchbares Druckschweröl mit einem Stockpunkt von - 8°C und einem spezifischen Gewicht von 1,042 bei 20°

29,0 % Koksrückstand mit einem Aschengehalt von 0,45 %
6,5 % Gas - Verlust.

Das Druckschweröl hatte einen Mittelölgehalt (-300°) von 45,3 % es war somit auf den eingesetzten Teer bezogen ein Mittelölanteil von 29,2 % vorhanden also fast doppelt so viel, als im ursprünglichen Schwelteer enthalten war. Dieses Mittelöl enthält viel Aromaten und auch niedrige Phenole und eignet sich sehr gut zum Anpassen der Kohle für die Bitumenherstellung. Als weitere Produkte ist stabiles, zur Lagerung günstiges, gut mischbares Heizöl entstanden mit einem Stockpunkt und einem ^{solchen} spezifischen Gewicht, daß das Öl auch in Meerwasser untersinkt und aschenarmer Koks, der nach einem kurzzeitigen Glühprozeß bei 900° - 1150° als hochwertiger Elektrodenkoks in der Aluminiumfabrikation eingesetzt werden kann; beim Glühen derselben fallen weiter noch 2-3% aromatischer Teer an. Wenn die Kohle vor der Brikettierung ganz oder teilweise abgeschwelt wird, so kann auch dieser Schwelteer der Druckdestillation mit unterworfen werden.

Wird die Kohle oder der Koks mit einem Hydrierbitumen durch einen Kohleextrakt gebunden, der in bekannter Weise durch Anfließen feingemachter bituminöser Kohle in einem höher siedenden aromatischen Öl durch Druckerhitzung bei 300° - 400° hergestellt ist, so benötigt man für einen Erweichungspunkt von 60° - 80° auf 25-35 ^{Parts} Tl. Kohle 75-65 Tl. des aromatischen Öles. Werden 15 Tl. dieses so hergestellten Bitumens zum Brikettieren von 85 Tl. der schlecht backenden Kohle verwendet, so müssen allein aus dem zugesetzten mit dem Bindemittel Öl 9,75 - 11,25 Tl. Schwelöl auf 100 Tl. Briquets erhalten werden, also mehr als aus der Kohle selbst stammt. Wenn dieses Öl jedesmal aus fremder Quelle ersetzt werden müßte, so würde das ganze Verfahren daran scheitern. Es konnte aber festgestellt werden, daß das bei der Druckdestillation und Spaltung anfallende Öl auch für diese Extraktion der Kohle viel besser geeignet ist als der Schwelteer selbst und einen höheren ^{Anteil} der Kohle erzielt, sodaß es möglich ist, mit diesem Druckschweröl den Ölkreislauf für die Bindemittelgewinnung nicht nur zu schließen, sondern darüber hinaus noch 50 - 60 % bezogen auf den aus der Kohle allein anfallenden Teer in Form stabiler Heizöle zu verwerten. Der koksartige Rückstand wird einem Glühprozeß unterworfen und stellt dann einen aschenarmen Elektrodenkoks dar, der mit etwa 25 - 30 % bezogen

auf den aus der Kohle stammenden Schmelteer, anfällt.

7 Auch diese Möglichkeit, gleichzeitig noch hochwertigen Elektrodenkoks aus den instabilen und daher geringwertigen Teilen des Schmelteeres zu gewinnen, muß als großer Vorteil des vorliegenden Verfahrens gebucht werden. Bekanntlich darf ein Elektrodenkoks für die Aluminium-Gewinnung nicht mehr als 0,6 % Asche enthalten. Die für die Elektrodenkoksherstellung geeigneten bituminösen Produkte müssen daher sorgfältig filtriert werden, damit in dem Koks, der ja nur einen Bruchteil des ursprünglichen Filtrates ausmacht, sich die Asche nicht wieder in unzulässiger Weise anreichert. Befriedigend gelingt diese Filtration nur bei Produkten, die durch unvollständige Hydrierung mit Mittelölanreicherung und Wasserstoff im Überschuss bzw. mit Wasserstoffabgebenden Ölen hergestellt sind. Produkte der nicht hydrierenden Fraktion können nur in grober Weise durch Absitzen aller Schmeldeern von den nichtgelösten Teilen getrennt werden. Eine Feinfiltration, wie sie für die Elektrodenkoksherstellung nötig ist, läßt sich praktisch bei Druckextrakten nicht durchführen. Dagegen konnte festgestellt werden, daß sich der erhaltene Schmelteer sehr gut feinfiltrieren läßt, sodaß nun auch durch die vorstehende Kombination auch auf dem Wege über die einfache Druckextraktion von Kohle Elektrodenkoks gewinnen läßt.

7 Zusammengefaßt besteht das Verfahren darin, durch Druckdestillation (Druckverschmelzung) vorher filtrierten Schmelteeres bis auf Koks brauchbare Anreibeöle herzustellen, für die Gewinnung von bituminösen Bindemitteln durch unvollständige Hydrierung, bzw. Extraktion von Kohlen mit oder ohne Wasserstoff, wobei zur Erzielung eines für die Brikettierung besonders geeigneten Bindemittels mit niedrigem Erweichungspunkt ein Teil des Anreibeöls in dem erhaltenen Bitumen belassen bzw. frisches Öl hinzugefügt wird. Bei Verschmelzen der mit diesem Bindemittel versetzten Kohle fällt das aus dem Bitumen stammende Öl im Gemisch mit dem aus der Kohle stammenden Teer zum größten Teil wieder an, ist aber nicht davon zu trennen und deshalb für eine neue Anreicherung der Kohle schlecht geeignet. Die durch Druckdestillation des Schmelteeres erhaltenen Öle eignen sich dagegen sehr gut zum erneuten Anreiben der Kohle, sodaß es

durch diese Maßnahme gelingt, den Kreisprozeß vollständig zu schließen und auch die Verluste an Anreibeöl zu decken. Als Nebenprodukt der Druckdestillation erhält man ein stabiles Heizöl sowie hochwertigen aschenarmen Elektrodenkoks.

Patentansprüche:

Verfahren zur Herstellung von festem Koks oder Koksbricketts, Heizöl und Elektrodenkoks aus nicht oder schlecht backender Kohle, oder Kokslein und einem bituminösen Bindemittel, das durch unvollständige Hydrierung oder Extraktion von Kohle mittels im Kreislauf geführter wasserstoffärmerer Kohlenwasserstoffe hergestellt wird, dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung und fortlaufenden Ergänzung des Extraktionsmittels (der bei der Schwelung oder Verkokung von mit Bindemittel versetzten Kohle- oder Kokspreßlinge anfallende Schwelteeer evtl. nach vorausgegangener Filtration einer zersetzenden Druckdestillation bis auf Koks unterworfen wird), wodurch auch die aus dem Schwelteeer stammenden Destillatanteile so angewendet werden, daß sie wie die dem Bindemittel zur Einstellung des Erweichungspunktes beigefügten Öle, (zur Gewinnung des Bitumens im Kreislauf geführt werden können, während der Überschuß des Druckdestillates als Heizöl und der Rückstand als Elektrodenkoks brauchbar sind.

gez. Pfirrmann

T-278
KCBraun
3-19-47

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

COAL REFINING PROCESS

(Patent Application by Pfirrmann)
Ludwigshafen, 27 Jan. 1942

It is known that solid coal substances, like bituminous or brown coal, etc., can largely be converted into non-liquid-soluble or meltable bitumen under hydrogenation conditions, i. e., at temperatures between 400°-500°C. and at elevated pressure, in the presence of largely aromatic or hydro-aromatic hydro-carbons, if less H₂ is used than is required to convert the coal into liquid hydro-carbons, or if the coal is treated, without the addition of H₂, with hydro-carbons, such as tetraline, which can give off H₂ at hydrogenation temperatures.

From the converted products, which can also be freed of ash by filtration, the pasting oil is again recovered by distillation and is recycled. In order to facilitate this recovery, mostly lighter boiling hydro-carbons are used for pasting, e. g., light oils from 140°-220°C. or middle oils from 200°-300°C. or, or the boiling-temperature of higher boiling oils is reduced by vacuum or steam distillation, so that there still remains a gap between the boiling end of the pasting oil and the beginning of distillation or decomposition of the recovered bitumen.

The bituminous product produced is similar to natural bitumen or distillation residues in its range of use. Among others, it can also be carbonized at low temperature (verschwelt), in which operation it may yield up to 60% tar, depending upon the kind of coal and the hydrogen consumption. It is further suitable as a binder for briquetting, carbonization, or coking of poor or non-caking (backhead) coal or coke breeze, whereby the entire tar constituent is recovered from the bitumen.

The thorough mixing of the bitumen with the coal to be caked or the coke breeze, as well as the manufacture of the pressed products, is facilitated and improved, if the softening point of the bitumen is not above 120°C., properly only about 50-90°C. To be sure, such a bitumen can be obtained directly from the coal by longer residence time and somewhat higher H₂ consumption. But for better utilization of the high pressure apparatus it is more profitable to work with lower residence times and correspondingly higher temperatures.

3902

and pressures, e.g., above 450°C. and 600 atm., i.e., with increased thruput, whereby some bitumina with higher softening points are obtained. To make the bitumina better suitable for briquetting, enough oil is added until the softening point, say 70°C., is reached, or a part of the oil used for pasting the coal, e.g. 10-20%, is left in the bitumen from the start, whereby the desired softening point is also obtained.

If, e.g. the coal is pasted with an aromatic middle oil boiling between 200-300°C. in the proportion of 1:1 and H₂ is supplied at the rate of 0.5m³/kg coal at 460°C. and 600 atm., with a coal thruput of 1-1.5, roughly 10-15% of the middle oil used must be left in the bitumen obtained in order to lower the softening point, which is about 110°C. in the oil-free bitumen, to 75°C. If we work without H₂ with a middle oil containing tetraline and homologues supplying H₂, softening points around 200°C. and above are obtained in the oil-free bitumen, even with reduced thruputs. In this case, up to 40% oil must be added or a corresponding amount left in the pasting oil in distillation. The oil constituents in the bitumen must be kept still higher if coal, rich in bitumen, is heated under pressure or extracted only with higher boiling, aromatic hydro-carbons, to obtain a briquette binder.

This oil constituent is first removed from the recycle oil in the recovery of the bitumen, but reappears in the L.T.C. tar in the carbonization and coking of the briquettes, at least where distillable oils are concerned, here, however, mixed with the tar produced from the coal and bitumen by decomposition. It is no longer possible to separate it from the tar by distillation, and, in order to cover the loss, we are forced to recycle a mixture of the original pasting oil with the L.T.C. tar distillate, because a constant supply of make-up oil is not possible, since it would make the whole process impossible. It was shown in the continuous replenishment of such an oil that the oil fractions distilled from the L.T.C. tar are no longer good solvents for the coal substance and that considerable losses occur in the high pressure section, so that the coal conversion and consequent yield of bitumen is constantly reduced in continuous operation. The cause of such unfavorable behavior may be the presence of paraffinic hydrocarbons, which may be present when young coal and brown coals are used in considerable proportions. At present it is due to unsaturated hydrocarbons and oil resins, which condensate and polymerize together with the coal substance, or form coke, so that the pasting oil losses are particularly heavy when working without hydrogen.

The filtrability also deteriorates, which causes considerable difficulty in the production of ash-free bitumen and electrode coke.

It has now been discovered that a pasting oil suitable for the production of bitumen may be obtained continuously in sufficient quantity, if the tar obtained in the carbonization (schwelen-L.T.C.) of coals or briquettes mixed with bitumen is not decomposed in normal distillation, but is subjected to pressure distillation, in which the bituminous and high molecular constituents, up to coke, are split up.

Example

Properly, the tar is first filtered to reduce the ash content, though not very high, still further. This is easy. The tar, still containing about 0.1-0.15% ash, is then pumped into a pressure vessel, not heated but well insulated, at 5-25 atm. thru a tube heater, which heats it up to 450-525°C. At the same time the residual heat required for decomposition is supplied by an auxiliary gas preheated to 450-600°C., such as the L.T.C. gas in the circulating system proper, or nitrogen, hydrogen, or steam. The distillable oils at hand, as well as the oil vapors rich in aromatics, produced by splitting from the high molecular hydrocarbons and the tar bitumens, are carried off with the flushing gases and condensed under pressure. The rest is a fairly dense, hard and ash-poor residue, resembling coke, suitable for metallurgical purposes, particularly as electrode coke in the manufacture of aluminum, after it has been freed of its volatile constituents and made conductive by heating without pressure to temperatures above 850°C.

The yields in coke residue and pressure distillate vary somewhat, depending upon the kind of coal, the carbonization system, and the binder. If, e.g. the L.T.C. tar is produced in a flushing gas kiln from poor caking bituminous coal rich in gas, with more than 35% volatile constituents, and a binder consisting of 12% of a hydrogenation bitumen produced by incomplete hydrogenation of a coal pasted with an aromatic middle oil and still containing 15% pasting oil, is used for the briquettes charged, about 60% of the tar originates from the coal and about 40% from the bitumen containing pasting oil. If this tar is distilled under a pressure of 10 atm. at 490-520°C. with the aid of H_2 , the largely aromatic distillates present are recovered almost entirely. The high molecular and paraffinic hydrocarbons, the oil resins and unsaturated, and the humic acids, are prevented from being distilled off by the pressure and are split up by forming easily distillable, stable, H_2 -poor hydrocarbons, which also contain phenols, and a splitting residue resembling coke,

which accumulates in the splitting chamber operating intermittently.

From 100 parts of the charged, filtered flushing gas tar, with a pour point (Stockpunkt) of -270°C ., an asphalt content of 8.8%, and a middle oil constituent of 16.3% (distilling up to 300°C .), the following yields were obtained:

- 64.5% pressure L.T.C. oil, suitable for fuel oil, with a pour point of -8°C . and a spec. gravity of 1.042 @ 20°C .
- 29.0% coke residue containing 0.45% ash, 6.5% gas loss.

The pressure L.T.C. oil had a middle oil content (-300°C .) of 45.3%. Based on the charged tar, there was, therefore, a middle oil yield of 29.2%, or almost twice as much as was present in the original L.T.C. tar. This middle oil contains much aromatics, as well as low phenols, and is very satisfactory for pasting the coal for the production of bitumen. Other products are a stable fuel oil suitable for storage and easily miscible, with a pour point and specific gravity such that it will not sink even in ocean water, and an ash-poor coke, which, after calcining (glühen) at $900-1150^{\circ}\text{C}$. for a short time, can be used as high grade electrode coke. An additional 2-3% of aromatic tar is obtained in this calcining process. If the coal is carbonized in whole or in part before briquetting, the tar obtained can also be pressure distilled.

If the coal or coke is bound to a hydrogenation bitumen by a coal extract produced from pulverized bituminous coal in a higher boiling aromatic oil by heating under pressure to $300-400^{\circ}\text{C}$., 25-35 parts of coal are required to 75-65 parts of the aromatic oil for a softening point of $60-80^{\circ}\text{C}$. If 15 parts of the bitumen so produced is used for briquetting 85 parts of poor caking coal, 9.75-11.25 parts of L.T.C. oil to 100 parts briquettes must be obtained from the added oil and the binder oil alone, or more than from the coal itself. If this oil were to be taken from an outside source every time, the whole process would fail because of it. However, it was found that the oil obtained in pressure distillation and splitting was also much better suited for this extraction of the coal than the L.T.C. tar proper, so that it is possible not only to complete the oil circulating system for the binder recovery with this pressure L.T.C. oil, but, in addition, to utilize 50-60%, based on the tar obtained from the coal alone, in the form of a stable fuel oil. The coke-like residue is subjected to a calcining process and then represents an ash-poor electrode coke equal to about 25-30% of the L.T.C. tar originating from the coal.

The possibility to recover high grade electrode coke from the unstable and low value constituents of the L.T.C. tar must also be considered a great advantage of the process at hand. Electrode coke for aluminum recovery must not contain over 0.6% ash. The bituminous products suitable for making electrode coke must, therefore, be carefully filtered so that the coke, which represents only a fraction of the original filtrate, is not inadmissibly enriched with ash. This filtration is satisfactory only with products which are produced by incomplete hydrogenation with middle oil pasting and H_2 deficiency or with oils giving off H_2 . Products of the non-hydrogenating fraction can only be separated very coarsely from the insoluble constituents by precipitation or centrifuging. Fine filtration, as required for electrode coke manufacture, is practically impossible with pressure extracts. On the contrary, it was found that the L.T.C. tar obtained could be readily fine-filtered, so that electrode coke can now also be obtained by means of the above combination by the simple pressure extraction of coal.

In summary, the process consists of producing usable pasting oils by pressure distillation (Druckverschmelzung) of filtered L.T.C. tars, up to coke, for the recovery of bituminous binders by incomplete hydrogenation and/or extraction of coals, with or without H_2 , wherein a part of the pasting oil is left in the bitumen obtained and/or fresh oil is added to obtain a binder with low softening point particularly suitable for briquetting. In the carbonization (verschmelzen) of the coal mixed with this binder the oil originating from the bitumen mixed with the tar originating from the coal is largely recovered, but cannot be separated from it, and is, therefore, unsatisfactory for renewed coal pasting. On the contrary, the oils obtained by pressure distillation of the L.T.C. tar are well suited for renewed pasting of coal. This step makes it possible to complete the recycle process fully and to cover the losses in pasting oil too. By-products of pressure distillation are a stable fuel oil and high grade, ash-poor electrode coke.

Patent Claims

Process for producing solid coke or coke briquettes, fuel oil, and electrode coke from poorly or non-caking coal, or coke breeze with a bituminous binder, produced by incomplete hydrogenation or extraction of coal by means of recycled H_2 -poor hydrocarbons, characterized by subjecting the L.T.C. tar obtained in the carbonization (schmelzung) or coking of coal mixed with a binding medium or of compressed coke breeze, possibly after previous filtration, to a decomposing pressure distillation, for the manufacture and continuous

T-278

replenishment of the extraction medium, whereby the distillate constituents originating from the L.T.C. tar are used like the oils added to the binding medium for adjusting the softening point so that they can be recycled for the recovery of the bitumen, while the excess pressure distillate can be used as fuel oil and the residue as electrode coke.

390f

Already?

Heidelberg

T-275

①
LPA-86

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Gelsenberg Benzin
Aktiengesellschaft

~~Geisenkirchen~~
Postfach 15.

Briefe gleichen Inhalts an:
Leuna
Pölitze
Rheinbraun
Oberschlesien

HOCHDRUCKVERSUCHS 19. Nov. 1941 Be/Pr.
E/La 558

Erfahrungsaustausch
über Kaltbrei-Einspritzung.

In der Besprechung am 10.11.1941, an der Ihre Herren
Direktor Dr. Fross und Dr. Klinkhard teilnahmen, wurde auch die
wärmetechnische Seite der in Schoiven erstmalig ausgeführten
Kaltbrei-Einspritzung berührt. In der Anlage übersenden wir
Ihnen eine Untersuchung dieser Frage und zwar abgestimmt auf die
suaresst in den Steinkohleanlagen herrschenden Verhältnisse.

Wir legen Ihnen ferner in der Anlage einen Bericht von
Schoiven bei über die Erfahrungen beim Fahren mit Zusatzkohlebrei.
Zu dem Vergleich der Kohlekammer I (Vierfachofensystem), die mit
Zusatzkohlebrei gefahren wurde, mit der Kohlekammer III (Drei-
fachofensystem) ohne Zusatzkohlebrei ist zu bemerken, dass die
Belastung der beiden Kammern bezogen auf den Reaktionsraum die
gleiche ist. Die Abbauberechnung kann naturgemäß nicht allen
grossen Anspruch auf Genauigkeit stellen, da durch die Vor-
sichtungen von nicht neutralisierter auf alkalische Fahrweise leicht
Fehlerquellen entstehen können. Hingegen zeigt die Untersuchung
des Pyridin- CS_2 -Unlöslichen im Abschlamm an, dass beim Fahren
mit Zusatzkohlebrei die Qualität des Abschlammes besser ist als
bei der normalen Fahrweise.

Heil Hitler

I. G. FARBEN-INDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

2 Anlagen
TA Ber. 1589
Scho. 2933

Nr. 1589.

Ludwigshafen, den 13. November 1941

A. H. S. M. H. O. T. I. Z.

Betr.: Einspritzung von Kaltkohlebrei und Breiregeneration.

Zur Erwärmung von 1 kg Brei = 0,400 kg Reinkohle
 von 100°C auf Reaktionstemperatur entspr. ca. 425°C
 ist eine Wärmemenge von 1,0 · C.55 · 325 = 180 kg cal
 erforderlich.

Umgekehrt wird durch Wärmetönung eine
 Wärmemenge von 0,4 · 0,92 · 440 = 160 kcal
 frei, wenn man annimmt, daß die kalt-
 einspritzte Breimenge zum gleichen
 Betrag abgebaut wird wie der auf nor-
 males Reg. eingespritzte Brei. (Abbau ≈ 92 %)
 und somit auch bei der gleichen
 Wärmetönung. (440 kcal/l kg abgebauter Reinkohle)

Es erspart 1 kg Altbrei nur die 20 kcal
 Wärmeaufnahme entsprechend Kaltgas-
 menge oder $0,16 \frac{m^3}{l \text{ kg Brei}}$
 = $160 \frac{m^3}{t \text{ Brei}}$

Mit anderen Worten:

Eine Kammer, welche eine zusätzliche Kaltbreieinspritzung enthält,
 benötigt praktisch gleich viel Kaltgas wie von der Kaltbreieinspritzung
 bei je alle gleichem Durchsatz über der Vorwärmer.

Die Kaltgasmenge ist demnach ein Kriterium für den Abbau der Kohle
 des Kaltbreis. Verleiht sich die Kaltgasmenge wesentlich, z. B.
 bei 7 to/h zusätzlicher Kaltbreieinspritzung um 3.000 m³/h, so läßt
 sich erwarten, daß der Abbau, bezogen auf die Kohle des Kaltbreis,
 allein auf 70% des normalen Wertes sinkt.

Die Menge des Kaltkohlebreis ist also nicht irgend wie durch das
 Kaltgas zu bestimmen und nur bedingt.

Wenn es also gelingt, den Kaltkohlebrei auf Reaktions-
temperatur zu bringen, ohne die Temperaturlage des betr. Ofens zu stören oder
die Arbeitsverhältnisse ungünstiger zu gestalten, so ist zum
mindesten theoretisch die Kaltbreieinspritzung näherest möglich.
Der Kaltbrei müßte natürlich an vielen Stellen in entsprechend
kleinen Mengen zugegeben werden - Lehlitzschicht, Stenochia Nr. 1211
vom Okt. 1940 - jedoch in eine notwendige Verteilzeit aufrecht zu
erhalten, nicht über einen Teil, z.B. die erste Hälfte des Reak-
tionsraumes hinaus, also bei 4 Ofen nicht über den 2ten hinaus.

Nach dem von Herrn Dr. Urban hat sich auch in der Lösung die Ein-
spritzung des Kaltbreis unmittelbar vor dem Ofen II bewährt; das
durch worden für den Ofen II die gleichen Verhältnisse geschaffen,
wie sie beim Ofen I vorliegen bis zu einem gewissen Grade die
Erzeugung an demselben Punkt die Kaltbreieinspritzung auf Reaktions-
temperatur. Nach dieser Methode ist die Kaltbreieinspritzung durch
die entstehende Reichtemperatur begrenzt, die zum mindesten die Ein-
trittstemperatur in Ofen I (Temperatur 5) nicht unterschreiten darf.
In beiliegender Tabelle ist die max. mögliche Einspritzung von
Kaltbrei in Ofen I für Kohlen, die eine Reichtemperatur oberhalb
sich erreichen, bis zur max. Reichtemperatur, die durch die
Temperatur begrenzt ist.

- a) 1500 kcal/m³ bei 470° C
- b) 3000 kcal/m³ bei 470° C

Beide Temperaturen wurden erreicht durch Einspritzung von 25,0 m³
Kaltbrei in Ofen I mit Reichtemperatur von 300° C, welche die wirk-
lich zulässige Reichtemperatur von 470° C. Nach dem von Urban
entworfenen Plan.

Die entsprechende Tabelle für die beiden anderen Reichtemperaturen
sowie die entsprechenden Reichtemperaturen sind ebenfalls
entworfen, jedoch nicht abgelesen worden. Die Reichtemperatur
von 470° C. ist die Reichtemperatur von 470° C. nach dem von
Urban vom 1. Feb. 1941.

So wird für Oberschlesien bei einem Durchsatz von

- 39,2 to/h Dünnbrei
- 22,0 to/h Dickbrei
- 49.000 m³/h Eingangsgas.

Dünnbrei und Arbeitsgas praktisch durch Regeneration auf die Regenerationstemperatur aufgeholt; oder es werden bereits 70 % der theoretisch möglichen Regeneration durchgeföhrt, während bei der Gasregeneration (Nordstern und Schalven) nur 28 % regeneriert werden.

Die Kaltbreieinspritzung in Ofen II bringt eine Wärmeeinsparung entsprechend einer weiteren Regeneration von 9 %. Es ist evtl. möglich, diese Art Kaltbreieinspritzung bei einer Kammer mehrmals zu wiederholen.

Zusammenfassung.

Die Kaltbreieinspritzung vermindert die Vorwärmleistung (Anlage). Die freiwerdende Wärme ist die Wärmetönung der im Kaltbrei enthaltenen Kohle genügt zur Aufheizung des Kaltbreis, so daß durch den zusätzlichen Kaltbrei die Lufttemperatur praktisch nicht verändert wird.

Föhrt man den Kaltbrei vor dem Ofen II zu, so lassen sich Kaltbreieinspritzmengen von 3 - 19 t/h erzielen, je nach Ofenablauf und Durchsatz (Anlage).

Die kombinierte Regeneration und Kaltbreieinspritzung läßt es möglich erscheinen, die notwendige Fahrweise auch bei teilschmelzenden zu erreichen.

Ing. Schappert, Gen. 113c.

Anlage 1 Tabelle.

Reac
 With
 ohne
 Pasta
 Brei
 Gas
 Gold
 Kalt
 Total
 Gas
 Hart
 Hart
 Prohe
 Vorh
 Addi
 Kalt
 or
 oder
 a
 Calcu
 Total
 Gas
 Prohe
 Vorh
 Calcu
 Total
 Gas
 Prohe
 Vorh

Abt. Braun

T-275

①

Anlage

zur Aktennotiz Nr. 1589.

TABLE I

Werk/ Plant	Scholven	Korästern		Röltz		Upp. 51/esi
		Triple 3-fach	Triple 4-fach	Triple 3-fach	Triple 4-fach	4-fach
Reaktionsvolumen m ³		39	52	27	36	36
Without Cold Paste ohne Kaltbrei						
Paste Throughput, Thick Brei Durchsatz, dick t/h		24	27	30	38	22
Paste Throughput, Thin Brei Durchsatz, dünn t/h					20	39,2
Gas Input Gasverbrauch m ³ /h		28 000	30 000	30 000	38 000	30 000
Cold gas, Cank. I. Kaltgas, Cank. I. m ³ /h		6 000	7 000	9 000	18 000	12 000
Total Cold Gas Gesamtis Kaltgas m ³ /h		20 000	22 000	27 000	34 000	40 000
Heat Value Wärmewert Cal/°C		24 400	27 050	29 000	36 900	37 000
Preheater Load Vorheizleistung Kcal/h		6 700	7 500	8 300	10 500	6 700
Additional Cold Paste Kaltbrei zusätzlich oder dickbrei entnommen						
a) Reduction Calculated Cold Paste Kaltbrei Menge t/h		3.3	3.65	4.0	5.0	4.7
Total Cold Gas Gesamtis Kaltgas m ³ /h		19 530	21 500	25 400	33 350	34 500
Preheater Load Vorheizleistung Kcal/h		6 700	7 500	8 300	10 500	3 600
b) Reduction Calculated Cold Paste Kaltbrei Menge t/h		6.2	6.9	7.3	9.4	8.2
Total Cold Gas Gesamtis Kaltgas m ³ /h		19 650	20 950	26 000	37 700	39 200
Preheater Load Vorheizleistung Kcal/h		6 700	7 500	8 300	10 500	9 800

7-275
(2)

Abschrift/Pr.

Gelsenkirchen-Buer, 24. Oktober 1941.

Betr.: Erfahrung über das Fahren mit Zusatzkohlebrei
in Scholven.

Wie bereits von Herrn Dr. Urban gelegentlich seines Besuches in Lu. berichtet wurde, haben wir unsere Kohlekammer 1 (Vierfachofensystem) mit einem Zusatzkohlebrei gefahren, der mit etwa 110° in die Verbindungsleitung zwischen Ofen 1 und Ofen 2 gefahren wurde. Auf dem normalen Vorheizweg wurde das System mit 24 t/Stk. Brei = 11 t Trockenkohle belastet, an Zusatzbrei wurden 4 t = 1,8 t Trockenkohle eingepresst, sodass das 48 cbm Ofensystem mit 12,8 t Trockenkohle = 0,27 belastet wurde. Das Abstreifer : Abschlammsverhältnis veränderte sich durch diese Zusatzbelastung nicht, auch i. Abbau- und Asphaltwert konnten gemäss beiliegendem Untersuchungsergebnis keine Hydrieverschlechterungen gefunden werden. Der Vorteil obiger Fahrweise scheint uns in Anbetracht unserer, in der Wärmekapazität zu kleinen Vorheizern, beachtlich, da sie eine Kohlemehrbelastung von ca. 20 % bringt.

Diesen Versuch haben wir aus Gründen des wahrscheinlichen Chlorangriffs an der Mischstelle im T-Stück nur ca. 14 Tage gefahren.

Inzwischen haben wir an unserer Kohlekammer 2 (ebenfalls 4-fach System) einen weiteren Versuch der Zuführung des Zusatzkohlebreies im oberen Teil des Ofens 1 durchgeführt. Der Brei wurde mittels Sonde ca. 0,5 m unterhalb Deckel zugegeben, wo wir normalerweise schon etwas Kaltgas fahren müssten.

Wir haben dabei folgende Beobachtung gemacht. Zunächst fielen bei ca. 2 t Breizugabe nacheinander sämtliche Thermoelemente von ober her um 1-2 mV ab, zuletzt auch das unterste Ofenelement 1 von 24 mV auf 22,5 mV, trotzdem das Vorheizerelement 44 vor dem Ofen von 21 mV durch Zurücknahme der Breimenge von 25 t auf 22-23 t auf 22 mV anstieg. Diesen Vorgang

7-275

Abschrift/Pr.

Gelsenkirchen-Buer, 24. Oktober 1941.

Betr.: Erfahrung über das Fahren mit Zusatzkohlebrei
in Scholven.

Wie bereits von Herrn Dr. Urban gelegentlich seines Besuchs in Lu. berichtet wurde, haben wir unsere Kohlekammer 1 (Vierfachofensystem) mit einem Zusatzkohlebrei gefahren, der mit etwa 110° in die Verbindungsleitung zwischen Ofen 1 und Ofen 2 gefahren wurde. Auf dem normalen Vorheizerweg wurde das System mit 24 t/Std. Brei = 11 t Trockenkohle belastet, an Zusatzbrei wurden 4 t = 1,8 t Trockenkohle eingepresst, sodass das 48 cbm Ofensystem mit 12,8 t Trockenkohle = 0,27 belastet wurde. Das Abstreifer : Abschlamaverhältnis veränderte sich durch diese Zusatzbelastung nicht, auch in Abbau- und Asphaltwert konnten gemäss beiliegendem Untersuchungsergebnis keine Hydrieverschlechterungen gefunden werden. Der Vorteil obiger Fahrweise scheint uns in Anbetracht unserer, in der Wärmekapazität zu kleinen Vorheizern, beachtlich, da sie eine Kohlemehrbelastung von ca. 20 % bringt.

Diesen Versuch haben wir aus Gründen des wahrscheinlichen Chlorangriffs an der Mischstelle im T-Stück nur ca. 14 Tage gefahren.

Inzwischen haben wir an unserer Kohlekammer 2 (ebenfalls 4-fach System) einen weiteren Versuch der Zuführung des Zusatzkohlebreies im oberen Teil des Ofens 1 durchgeführt. Der Brei wurde mittels Sonde ca. 0,5 m unterhalb Deckel zugegeben, wo wir normalerweise schon etwas Kaltgas fahren müssten.

Wir haben dabei folgende Beobachtung gemacht. Zunächst fielen bei ca. 2 t Breizugabe nacheinander sämtliche Thermoelemente von ober her um 1-2 mV ab, zuletzt auch das unterste Ofenelement 1 von 24 mV auf 22,5 mV, trotzdem das Vorheizerelement 44 vor dem Ofen von 21 mV durch Zurücknahme der Breimenge von 25 t auf 22-23 t auf 22 mV anstieg. Diesen Vorgang

haben wir mehrmals mit gleichem Ergebnis wiederholt. Wir ziehen aus dieser Beobachtung folgenden Schluss: Die frühere Vermutung, dass in unseren Öfen eine starke Abwärtsströmung von heissem Brei (Körtingwirkung des Frischkohlebreies) entlang der Ofenwandung, an der auch die Thermoelementhülsen angebracht sind, statthat, ist endlich bestätigt. Bei normaler Fahrweise im Beharrungszustand mit Aufheizung des Breies im Vorheizer auf ca. 21 mV findet zuerst eine zusätzliche Aufheizung durch Vermischung mit 25 mV heissem rückfliessendem Reaktionsgut auf wahrscheinlich ca. 22⁵-23 mV statt, und dann erst springt die Reaktion lebhaft an. Beim Anfahren eines neuen Systems wird beim Übergang von Öl zu Brei auch zuerst mit geringerer Breimenge auf 22,5 mV im Spitzenvorheizer (El 44) hochgeheizt und das System zieht dann langsam in etwa 1 Stunde auf 25 mV hoch, wobei mit Steigerung der Breieinspritzung fast selbsttätig die Aufheiztemperatur fällt bzw. auch auf 21⁵ mV fallen darf, da die Mischaufheizung im Ofen 1 eingesetzt hat.

Aufgrund dieser Erkenntnisse werden wir künftig unseren Zusatzbrei nur dem Ofen 2 zugeben und dessen Wärmefluss zur direkten Breiaufheizung ausnützen.

Heil Hitler!

Hydrierwerk Scholven

Aktiengesellschaft

gez. Jost gez. ppa. Dr. Urban

Buer-Scholven, den 21.10.1941 Kr.-

Aktennotizbetr.Einspritzung von kaltem Kohlebrei in die Sumpphaseöfen.

Die Abteilung Hydrierung hat Versuche angestellt, an Stelle von Kaltgas Kohlebrei unter Umgehung des Vorheizers direkt in die Kohleöfen einzuspritzen und hat diese Menge bis auf 3 t/h steigern können.

Der Abschlamm der betr. Kammer I wurde im Labor mit dem Abschlamm der normal arbeitenden Kammer III verglichen und dabei die in der Anlage wiedergegebenen Werte gefunden. Beim Vergleich der Zahlen ist zu berücksichtigen, dass Kammer I mit Nachneutralisation, Kammer III ohne diese arbeitet. Infolgedessen ist von dem Feste- und Aschegehalt der Kammer III die durch die Soda eingeführte Asche abzusetzen. Auf 11,5 t Kohle werden 1,5 % oder 0,172 t Soda eingeführt, welche 0,190 t NaCl bilden. Die Kohle enthält 4 % oder 0,450 t Asche. Durch Sodazusatz steigt sie in Kammer III auf $0,450 + 0,190 = 0,64$ t. Aus der Analyse lässt sich berechnen, dass 8,3 t Abschlamm mit 0,64 t oder 7,7 % Asche entstanden sind. Wäre ohne Sodazufuhr zum Brei gefahren, so wäre die Asche auf 0,45 t oder 5,4 % gesunken und das Feste auf $2,11 - 0,19 = 1,92$ t oder 23,2 % Festes mit 23,4 % Asche. Tatsächlich zeigen die Analysendaten der Kammer I mit 23,3 % Festem und 25,8 % Asche im Festen näherungsweise die gleichen Werte.

Das bedeutet, dass der Abbau bei Einspritzung von kaltem Kohlebrei praktisch ebensoweit geht wie bei der normalen Fahrweise.

Es wurden dann die erhaltenen Asphalte noch näher untersucht. Rechnet man die in der anliegenden Tabelle enthaltenen Werte auf aschefreie Substanz um, so erhält man:

Asphaltzerlegung

(ber. auf aschefreie Substanz)

	mit Kaltbreieinspritzung	normale Fahrweise
<u>Chloroformlösliches</u>		
bei 20° Neutralöl	66,2 %	58,8 %
" 50° Ölharz	7,1 %	12,7 %
<u>Pyridinlösliches</u>		
bei 20° Asphaltarz	9,0 %	7,7 %
" 50° Hartasphalt	1,1 %	1,1 %
<u>Pyridin-CS₂-lösliches</u> (Asphaltene, Carbone, Carboide)	5,1 %	2,7 %
<u>Pyridin-CS₂-unlösliches</u>	11,5 %	17,0 %

Danach enthält der mit Kaltbreieinspritzung erhaltene Abschlamm mehr Neutralöle und weniger absolut unlösliches Festes als der normale Abschlamm.

Aus beiden Untersuchungen geht also hervor, dass bei der Kaltbreieinspritzung der Abbau zum mindesten nicht schlechter ist als bei der normalen Fahrweise.

gez. Schönfelder.

TABLE II.

Designation of Sample: Lotdown Stall I + III
 Bezeichnung der Probe: Abschlamm Kammer I und III
 Date Received: 3 Oct. 1941
 Datum des Eingangs: 3. Oct. 1941
 Origin: Bldg. Bau 193
 (Lotdown stall I with cold paste after neutralization)

Kind of Experiment Art der Untersuchung	Abschlamm Kammer I mit Kaltkohlebrei Nachneutralisation	Lotdown, Stall III Abschlamm Kammer III alkal. Lotdown alkal. Abschlamm
Density @ 100°C	1.251	1.268
100 Softening Point Erweichungspunkt	36°C	49°C
50/125 Festes in Solids	23.3 %	25.4 %
Asph. in Festen	25.8 %	30.3 %
Asphalt im Öl	28.1 %	28.9 %
Soda	0.08 %	0.47 %
90/wt. to 325 Gew.-% bis 325	7.0 Gew.-%/wt.	1.7 Gew.-%/wt.
Decomposition: Asphaltzerlegung soluble in Chloroform Chloroformlösliches		
with Resin bei 20°C Neutraler	62.0 % in raw prod. Rohpr.	54.2 % in raw prod. Rohpr.
" 50°C in Resin	6.7 % " "	11.8 % " "
soluble in Pyridine Pyridinlösliches		
with Resin bei 20°C Asphaltharz	8.5 % " "	7.1 % " "
" 50°C Hard Asphalt	1.0 % " "	1.0 % " "
soluble in Pyridine-CS ₂ Pyridin-CS ₂ -lösliches		
(Asphaltene, Carbone, Carboide)	4.8 % " "	2.0 % " "
Insoluble in Pyridine-CS ₂ Pyridin-CS ₂ -unlösliches	16.4 % " "	23.4 % " "

See later data

PRELIMINARY EXPERIENCES WITH THE INJECTION
OF COLD COAL PASTE
GELSENKIRCHEN-HORST, DECEMBER 2, 1941

One hydrogenation chamber was tentatively equipped for the injection of cold coal paste by installing a connection by-passing the normally used preheater. After the installation of valves and throttling pipes to control the flow, it was possible to operate the reactor satisfactorily. This resulted in an increase in through-put from 28.8 tons of paste per hour (10.8 tons dry coal) to 32.3 tons/hour (13.4 tons of dry coal). The reactor temperature had to be increased by an average of 0.1 mv. (probably iron-constantan thermocouple) in order to keep the quantity of sludge formed equal to that of normal operations. The sludge contains, however, somewhat more solid matter and asphalt and the yield of middle oil recovered in the separator at 626° F. is somewhat smaller.

Coal Hydro Liquid Phase

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Erfahrungen beim Zusatz von Kaltbrei in Gelsenberg.

Es wurden bisher durch die Einspritzung von Kaltbrei in den 2. Ofen bis zu 16,5 to Reinkohle in einer 4-fach Kohle-kammer durchgesetzt. Hiervon gehen ca. 2,5 to als Kaltbrei in Ofen 2 und 14 to über die Vorheizung.

Die Kammer 5 lief z.Zt. mit 40 m³ Einspritzung, wovon schätzungsweise 34 m³ über die Vorheizung und 6 m³ über den 2. Ofen gehen. Die Einspritzung erfolgt in die Notentspannungs-leitung von Ofen 2. Es wird in erster Linie nach Element 144 gefahren. In den Öfen wird eine etwas höhere Temperatur zuge-kassen bzw. angegeben, als ohne Kaltbreieinspritzung. Sowohl in Scholven als auch in Gelsenberg lag das Element 144 etwas höher wenn mit Kaltbrei gefahren wurde, was offenbar allein darauf zurückzuführen ist, daß weniger Kaltbrei durch den Vorheizer geht und das geschätzte Verhältnis 34 : 6 nicht ganz stimmt.

Ein charakteristisches Bild der Temperaturlage in den Öfen bei Kaltbreieinspritzung ist hier wiedergegeben.

El. 144	20,6 - 20,8 MV	Maximal-Tempe-ratur	Durchschnitts-Temperatur
Ofen 1	v. 25,1 auf 25,2 steigend	25,2 MV	24,8 MV
Ofen 2	" 24,1 " 25,3 "	25,3 MV	24,8 MV
Ofen 3	gleichmäßig bei 25,1	25,1 MV	25,1 MV
Ofen 4	" " 24,8	24,9 MV	24,8 MV
	Eingang Heißeabscheider	22 MV	
Produkt	Ausgang	"	21,4 - 21,6 MV
Abachlamm	Ausgang	"	20 MV

Die Kaltgasmenge liegt im allgemeinen etwas niedriger, wenn mit Kaltbrei gefahren wird. Sie verteilt sich auf die einzelnen Öfen wie folgt:

	Kaltgasmenge ohne Kaltbreieinspritzung	Kaltgasmenge mit Kaltbreieinspritzung
Ofen 1	5 000 m ³ /h	8 000 m ³ /h
" 2	10 - 11 000 m ³ /h	2 000 "
" 3	4 000 m ³ /h	4 500 "
" 4 1)	13 000 m ³ /h	13 000 "
	<u>33 000 m³</u>	<u>28 000 m³</u>

1) In diesen Zahlen ist die Gasmenge enthalten, die Gelsenberg zwischen Ofen 4 und Heißabscheider zuzieht zur Temperaturniedrigung des Heißabscheiders.

Die Kammer mit Kaltbreizugabe zeigte bisher folgende Ergebnisse:

Abschlamm : Abstreifer = 52 Gew. % : 48 % oder 48 Vol. : 52 Vol. %

Abschlammmenge je to Kohle = 1,25

Asphalt im Abschlamm ca. 17 % (d.h. 1-2 %, höher wie der Durchschnitt der Kammern ohne Zusatzbrei)

Bi + Mi im Ölgewinn ca. 88 %

Vergasung 23 - 24 %

Festes i. Anstrichöl 11,5 - 12 %

Asphalt i. " 8

% Asphalt i. Gesamt Schweröl 8 → 10 %

gemeinsam für alle Kammern

Der Asphaltgehalt im Schweröl ist im Dezember von 8 auf 10 % stetig gestiegen und ist auf die Durchsatzhöhung zurückzuführen. Es bleibt daher noch abzuwarten, welcher Asphaltspiegel sich einstellt und ob die Rückstandsauflösung nachfolgen kann.

Die Ofenfahrer fahren eine Kammer mit Zusatzkohlebreieinspritzung gern. Sie ist trotz der höheren Temperaturlage nicht schwieriger zu fahren. Eine Erleichterung besteht sogar darin, daß die Abschlammmenge groß ist.

Zusammenfassung.

Der Durchsatz einer 4-fach Kammer läßt sich durch Kaltbreizugabe von 14 auf 16,5 stuto Reinkohle erhöhen, das sind 18 %. Ingesamt ergibt sich in Gelsenberg durch die Fahrweise mit Zusatzkohlebrei eine um 15 to höhere Kohleverarbeitung, was der Ersparnis einer ganzen 700 atm Kohlekammer entspricht.

Trotz der höheren Belastung kann nach wie vor auf Bensen und Mittelöl gefahren werden, weil gleichzeitig etwas höhere Temperatur gefahren werden kann. Der Asphaltspiegel steigt um etwa 2 %.

gez. Becker

EXPERIENCES IN COLD PASTE INJECTION

By Schappert and Wilde, Ludwigshafen, 18 Nov. 1941

In a meeting held on November 10, 1941, the thermo-technical side of cold paste injection, first made in Scholven, was also discussed. The attached data also include an investigation into this question based on conditions in bit. coal hydr. plants.

The attached data also include a report from Scholven on experiences in operating with coal paste additions. To the comparison of Coal Stall I (quadruple converter system), operated with coal paste additions, with Coal Stall III (triple converter system), operated without coal paste additions, may be observed, that the burden on both stalls, based on reaction space, is the same. Naturally, the calculation of the conversion may not be overly accurate, because errors can easily occur in the recalculation of not neutralized to alkaline operation. However, investigation of the pyridine- CS_2 -insolubles in the letdown indicates that the quality of the letdown when operating with coal paste additions is superior to that obtained with normal operation.

Report 1589. Ludwigshafen, 13 November 1941.

INJECTION OF COLD COAL PASTE AND PASTE HEAT EXCHANGE

To heat 1 kg paste, equal to 0.400 kg pure coal, from 100 °C to reaction temperature of abt. 425 °C, requires a heat input of $1.0 \times 0.55 \times 325 = 180$ kcal.

On the other hand, the heat of reaction liberates a heat equivalent to $0.4 \times 0.92 \times 446 = 160$ kcal, if we assume that the injected cold paste is converted to the same degree as the normally injected paste (92%), and, therefore, also with the same heat of reaction, (440 kcal/kg decomposed pure coal).

Therefore, 1 kg cold paste saves only the cold gas equivalent of 20 kcal, or $0.16 \text{ m}^3/\text{kg}$ paste. = $160 \text{ m}^3/\text{t}$ paste.

In other words:

A stall into which additional cold paste is injected, requires as much cold gas as before cold paste injection with equal thruput thru the preheater

404a

The quantity of cold gas is, therefore, a criterion for the conversion (Abbau) of the cold paste coal. If the quantity of cold gas is materially reduced, e.g. by 3000 m³/h with 7 t/h additional cold paste injection, we can figure that the conversion, based on the cold paste coal, has been reduced to 70%.

Consequently, the quantity of cold coal paste is not limited, or even determined, in any way by the cold gas.

If it is possible to bring the cold coal paste up to reaction temperature without disturbing the temperature of the converter in question or unfavorably influencing the flow conditions, it is at least theoretically possible to inject cold paste in whatever quantities desired. Of course, the cold paste would have to be added in small quantities in many places, though within a limited space, in order to maintain the necessary residence time, or with 4 converters, not beyond the second.

Now, according to Dr. Urban, cold paste injected in Scholven has proved to be best just before the second converter. This produces conditions in Converter II similar to those in Converter I. The hot return flow along the converter wall raises the colder mixture temperature to the reaction temperature. With this operating method the cold paste injection is limited by the mixture temperature produced, which must never be below the inlet temperature in Converter I (element 44). Attached Table I shows the calculated max. possible daily injection of cold paste into Converter II for Scholven, Nordstern, Stettin and Upper Silesia, for 2 mixture temperatures:

- a) 450°C, corresponding to 23.5 m³/40° element temp.
- b) 430°C, corresponding to 22.5 m³/40° element temp.

Both temperatures are produced by mixing the contents of Converter I @ 476°C-25.0 m³ with cold paste @ 100°C. What the actually permissible mixture temperature will be can be determined only in each individual case.

As shown in the table for Stettin and Upper Silesia the cold injection can be made in addition to paste heat exchange. Thick paste, which does not pass thru the heat exchanger in any case, is best suited for cold paste injection.

Only by the combination of both operating methods, heat exchange and cold paste injection, is it likely that the condition of auto-thermal operation will be practically attained.

In Upper Silesia, with a thruput of:

59.2 t/h thin paste
29.0 t/h thick paste, and
49000 m³/h input gas,

4046

thin paste and input gas are practically heated to the reaction

temperature by heat exchange, or 70% of the theoretically possible heat exchange is already obtained, while in gas heat exchange at Nordstern and Scholven only 28% is exchanged.

Cold paste injection into Converter II saves additional heat, corresponding to a further heat exchange of 9%. It may be possible to repeat this kind of cold paste injection in a converter several times.

SUMMARY.

Cold paste injection reduces the necessary preheater capacity. The heat of reaction of the coal contained in the cold paste is enough to heat the cold paste, so that the quantity of cold gas is practically unchanged by the additional cold paste.

If cold paste is injected into Converter II, 3-10 t/h of cold paste may be injected, depending upon the number of converters and the thrupt.

The combination, heat exchange and cold paste injection, makes it appear possible to obtain auto-thermal operation in bituminous coal stalls as well.

TABLE I

A-275

Plant	Scholvan		Nordstern		Pollitz	Upp. Silesia	
Reaction Volume	m ³	Triple 39	Quad-ruple 52	Triple 27	Quad-ruple 35	Quad-ruple 36	
Without Cold Paste							
Paste Thruput, thick thin	t/h	24	27	30	33	22 20	29.0 39.2
Gas Input	m ³ /h	25,000	30,000	30,000	35,000	30,000	49,000
Cold gas, Conv. I	m ³ /h	6,000	7,000	8,000	10,000	12,000	15,000
Total Cold Gas (Outlet)	m ³ /h	20,000	22,000	27,000	34,000	40,000	47,500
Heat Value Conv. I	Cal/°C	24,400	27,050	29,000	36,900	37,000	53,200
Preheater Load (70%)	kcal/h	6,700	7,500	8,300	10,500	6,700	8,600
Additional Cold Paste							
or taken fr. thick paste		additional		additional		Taken fr. thick Paste	Taken fr. thick paste
a) Reduction	°C	fr. 476°C → 450°C		(25.0 mV → 23.4)			
Calculated Cold Paste	t/h	1.3	3.65	4.0	5.0	4.7	6.7
Total Cold Gas	m ³ /h	19,530	22,500	26,450	33,330	34,300	39,400
Preheater Load (70%)	kcal/h	6,700	7,500	8,300	10,500	3,600	7,000
b) Reduction		fr. 476°C → 450°C		(25.0 mV → 22.3 mV)			
Calculated Cold Paste	t/h	6.2	6.9	7.3	9.4	5.2	11.5
Total Cold Gas	m ³ /h	19,060	20,950	26,000	32,700	30,000	35,200
Preheater Load (70%)	kcal/h	6,700	7,500	8,300	10,500	4,700	5,800

4042

EXPERIENCE IN OPERATING WITH COAL PASTE ADDITIONS AT SCHOLVEN.

By Jost, Gelsenkirchen-Buer, 24 October, 1941.

As already reported by Dr. Urban on the occasion of his visit to Ludwigshafen, we have operated our Coal Stall I (quadruple converter system) with additional coal paste injected at abt. 110°C into the connecting line between Converters I and II. Normal injection into the system over the preheater was 24 t paste/h = 11 t dry coal, while 4 t additional paste = 1.8 t dry coal was injected, or a total load on the 48 m² converter system of 12.8 t dry coal/h, equal to a burden of 0.27. The proportion of catch pot product to letdown was not changed by this additional load. In the conversion and asphalt values also, no deterioration in hydrogenation could be detected, as shown in attached data. The advantages of this operating method appear to be considerable, considering our overloaded preheaters, because it permits an increased coal consumption of about 20%.

This experiment was run for only about 2 weeks, because of probable chlorine corrosions at the mixture point in the Tee.

In the meantime we have made a further experiment in injecting additional coal paste into the upper part of Converter I of our Coal Stall II, also a quadruple system. The paste was injected thru a sampling connection abt. 0.5 m below the cover, where we normally add some cold gas already.

We made the following observations:

All thermoelements, starting from the top, at first dropped 1-2 mV when abt. 2 tons of paste was added. Eventually even the bottom Converter Element 1 dropped from 24 mV to 22.5 mV, although the Preheater Element 44 before the converter rose from 21 mV to 22 mV when the quantity of paste was reduced from 25 t to 22-23 t. This procedure was repeated several times with the same result.

We draw the following conclusions from these observations:

Our former belief that a strong downward flow of hot paste (Körting effect of the fresh coal paste) along the converter wall, along which the thermo-wells are also located, occurred in our converters, was at last verified. In normal continuous operations ("Beharrungszustand" - condition of equilibrium) when the paste is heated in the preheater to abt. 21 mV, the paste temperature is probably first increased to abt. 22.5 - 23 mV by its mixture with

the 25 mV hot circulating reaction material. Only then does the reaction become active. In starting up a new system, at the changeover from oil to paste, the temperature is at first raised to 22.5 mV in the final preheater (Element 4*) with reduced paste volume. The system then slowly rises to 25 mV in abt. an hour, while the preheat temperature almost automatically drops, possibly to 21.5 mV with increased paste injection, because the heating of the mixture in Converter I has stopped.

In the future, therefore, we shall inject our additional paste only into Converter II and utilize the circulating heat in the converter for heating the paste directly.

INJECTION OF COLD COAL PASTE INTO LIQUID PHASE CONVERTERS.

By Schönfelder, Buer-Scholven, 21 October 1941.

The Hydrogenation Division has made experiments to inject cold paste, instead of cold gas, directly into the coal converters, by-passing the preheater, and has been able to increase this quantity to 3 t/h.

The letdown of Stall I in question was compared with the letdown from the normally operating Stall III in the laboratory, with results as shown in Table II. In comparing the figures, it must be considered that Stall I operates with after-neutralization, Stall III does not. Consequently, the ash introduced with the soda must be deducted from the solids and ash content of Stall III. To 11.5 t of coal, 1.5% or 0.172 t of soda are introduced, which forms 0.190 t NaCl. The coal contains 4% or 0.450 t of ash. By the addition of soda it rises in Stall III to $0.450 + 0.190 = 0.64$ t. It can be calculated from the analysis that 8.3 t letdown with 0.64 t or 7.7% ash has been produced. If the stall had been operated without soda additions to the paste, the ash would have dropped to 0.45 t or 5.4% and the solids to $2.11 - 0.19 = 1.92$ t or 23.2% solids with 23.4% ash. Actually, the data on the analysis of Stall I show approximately the same values at 23.3% solids and 25.8% ash in the solids.

This means that conversion goes practically just as far when injecting cold paste as when operating normally.

The asphalts produced were then further examined. If the figures in Table II are recalculated for ash-free substance, we get:

404 f

ASPHALT DECOMPOSITION
(Calculated for Ash-Free Substance)

	With Cold Paste Injection.	Normal Operating Method.
<u>Soluble in Chloroform</u>		
with 20° C neutral oil	66.2%	58.8%
with 50° C oil resin	7.1	12.7
<u>Soluble in Pyridine</u>		
with 20° C asphalt resin	9.0	7.7
with 50° C hard asphalt	1.1	1.1
<u>Soluble in Pyridine - CS₂</u>		
(asphaltene, carbene, carboide)	5.1	2.7
<u>Insoluble in Pyridine - CS₂</u>	11.5	17.0
Total	100.0%	100.0%

Accordingly, the letdown obtained with cold paste injection contains more neutral oils and less absolutely insoluble solids than the normal letdown.

Both experiments, therefore, indicate that conversion is at least no worse with cold paste injection than with the normal operating method.

404g

TABLE II.

U-275

Designation of Sample: Letdown Stall I & III
 Date Received: 3 October 1941
 Origin: Bldg. 193

Kind of Experiment	Letdown, Stall I with cold paste after neutralization	Letdown, Stall III Alkaline Letdown
Density @ 100° C	1.231	1.268
Softening Point	36° C	49° C
Solids	23.3 %	25.4 %
Ash in Solids	25.8 %	30.3 %
Soda	0.08%	0.47%
%/wt. to 325	7.0 %/wt.	1.7 %/wt.
<u>Asphalt Decomposition:</u>		
<u>Soluble in Chloroform</u>		
with 20° C Neutral Oil	52.5 % in raw prod.	54.2 % in raw prod.
" 50° C Oil Resin	6.7 % " " "	11.8 % " " "
<u>Soluble in Pyridine</u>		
with 20° C Asphalt Resin	8.5 % " " "	7.1 % " " "
with 50° C Hard Asphalt	1.0 % " " "	1.0 % " " "
<u>Soluble in Pyridine - C₃H₂</u>		
(Asphaltene, Carbone, Carboide)	4.8 % " " "	2. % " " "
<u>Insoluble in Pyridine - C₃H₂</u>	16.4 % " " "	23.4 % " " "

404 L

EXPERIENCES WITH COLD PASTE ADDITIONS AT GELSEMBERG.

By Becker, Ludwigshafen, 7 January, 1942.

Up to 16.5 tons of pure coal have been put thru a quadruple coal stall by the injection of cold paste into Converter 2. About 2.5 t of this is cold paste into Converter 2 and 14 t thru the preheater.

Stall 3 was operated with 40 m³ injection, of which an estimated 34 m³ go thru the preheater and 6 m³ into Converter 2. Injection is made into the emergency expansion line of Converter 2. The system is primarily controlled by Element 144. A somewhat higher temperature is permitted in the converters than without cold paste injection. In Scholven, as well as in Gelsenberg, Element 144 recorded a higher temperature when cold paste was injected, which is apparently only due to the fact that less cold paste passes thru the preheater and the estimated proportion of 34:6 is not quite correct.

A characteristic picture of the temperatures in the converters with cold paste injection is reproduced here.

Element 144	20.6 - 20.8 mV	Max. Temp.	Mean Temp.
Converter 1	fr. 23.1 to 25.2, rising.	25.2 mV	24.8 mV
Converter 2	fr 24.1 to 25.3, rising.	25.3 mV	24.8 mV
Converter 3	Uniform @ 25.1	25.1 mV	25.1 mV
Converter 4	Uniform @ 24.8	24.9 mV	24.8 mV
	Catchpot inlet, 22 mV		
	Product at hot catchpot outlet, 21.4 - 21.6 mV		
	Letdown " " " " 20 mV		

404 i

The quantity of cold gas is generally lower when cold paste is injected. It is divided between the individual converters as follows:

Volume of cold gas without cold paste injection	Volume of cold gas with cold paste injection.
Converter 1, 5000 m ³ /h	8000 m ³ /h
Converter 2, 11000 m ³ /h	2000 "
Converter 3, 4000 "	4500 "
Converter 4, (1) 13000 "	13000 "
53000 m ³ /h	28000 m ³ /h

(1) These figures include the gas, which Gelsenberg injects between Converter 4 and the hot catchpot to reduce the catchpot temperature.

The stall with paste addition has so far indicated the following results:

Letdown: C.F. Product = 52%/Wt: 48%, or 43.52%/Vol.
 Letdown/t coal = 1.25 t
 Asphalt in letdown, abt. 17% (i.e. 1-2% higher than the average stall without added paste.
 Gasol. Mid-Oil in oil yield, abt. 88%.
 Gasification, 23-24%.
 Solids in pasting oil, 11.5-12%.
 Asphalt " " " 8% } for all stalls
 Asphalt " tot. heavy oil, 8-10%

The asphalt content in the heavy oil rose steadily from 8 to 10% in December, due to the increased thruput. It, therefore, remains to be seen, what asphalt proportion (Asphaltspiegel) will be obtained and whether the residue can be processed without difficulty.

The converter operators like the cold paste injection. It is no more difficult to operate, in spite of the higher temperature. In fact, it is easier to operate because of the large amount of letdown.

Summary.

The thruput of a quadruple stall can be increased from 14 to 16.5 t/h pure coal by cold paste addition. That is 18%. Gelsenberg, as a whole, increases its coal processing 15 t by additional coal paste injection, which is the equivalent of saving an entire 700 atm. coal stall.

4047

In spite of the increased load, gasoline and middle oil can be run now as before, because a somewhat higher operating temperature can be used at the same time. The proportion of asphalt increases abt. 2%.

404 L

Hochdruckversuche
Lu 1

1. Juni 1944 Boh/Ki

Büro

Dir. Dr. Pie

Zu der Kohlebilanzen ab Februar 1944.

Die Pölitzer Betriebskontrollberichte enthalten ab Februar statt der Analysen von Antriebsöl + Gleitöl im Eingang und Abschleim und Gesamtabstreifer im Ausgang, aus welchen Daten sich der Abbau errechnen ließ, nunmehr die Analysen des Schwelrückstandes und Schwelgases. Weiter enthalten sie erstmals Analysen des Gesamthydrazins sowie des Ölgewinnes (u. Gasbenzins).

Die Berechnung des Abbaues enthält daher jetzt eine gewisse Unsicherheit: Möglicherweise liegt der Abbau tiefer - keinesfalls höher - dann erniedrigt sich der Posten "nicht nachweisbarer Verlust" entsprechend. In letzterem Posten sind auch die C-Verluste durch Kreislaufundichtigkeit enthalten, da das Methan- und CO-Gehalt des chem. gebundenen und gelösten Frischgases von der Vergasung abgezogen sind.

Der C-Gehalt dieser "nicht nachweisbaren Verluste" kann nur geschätzt werden.

Die Pölitzer C-Bilanzen ergeben ein geringeres C-Defizit als beiliegende Bilanzen. Dieser Unterschied erklärt sich z.T. dem oben über den Abbau und C-Gehalt der Verluste Gesagten, z.T. aus der von Pölitza niedriger eingesetzten Ausbeute aus den ungesetzten Schwerölen.

Bemerkenswert ist der niedrige H₂-Gehalt der Verflüssigung im Februar; diesem entspricht der geringe chem. gebundene H₂.

2) Der Schweröl-Zusatz ist im Eingang und Ausgang herausgerechnet.

Diese Schweröle setzen sich zusammen aus

-Stinkohlenteerölen

-Generalfortteer

-Erdöl-Abstreifer-Schweröl

-Abschleimdestillat

die zusammen mit dem Schleimabstreifer-Schweröl

zusammen anfallen: 12,5 % Schweröl aus Feinölen

37,5 % Schweröl aus Kohlenabstreifer

14) Für den eingesetzten Abbau errechnet sich aus den Pölitzer Analysen ein C-Gehalt des Hy-Rückstandes von über 100 %. Maßstab der Abbau niedriger liegen oder die Analysen sind ungenau.

TABLE I

Pölitze
Coal Balance for March 1944
Kohlebilanz März 1944.

Coal Factor
Kohlefaktor

1091 kg ^{dry} Hydr. Kohle ^{Coal with} 6,3% Asche / (K₂O) 2,2%
H₂O auf in 2,2%
1000 kg RK-pure coal
46 kg light ends Gasbenzin
535 kg s-Bi+Mi 3-gasol.+ mi-oil
58 kg fr. hy-oils at
- 41 kg 4.48 kg Schwerölen bei
540 kg 85% Aust. Conversion

1000 kg RK 82% C 3.85 H avail.
67 " Asche
43 " Cat. wasserfrei
24 " Wasser
1134 kg RK + Kat. (Film oil)
1530 kg Ansisöl + Gleitöl (82 kg, 7% Solids = 5,4%)
2664 kg Cat. Paste W x 44, 8% Feuten Solids
65 kg Spülöl W x 40% (Aickbrei) 52,5%
2729 kg Ges. Einspr. 60% Dumbrei 41%
ohne H₂O & H₂ (Thin Paste)
without 2% H₂ (gasit.)

Consumption
H₂-Verbrauch

chem. beb. 850 m³ H₂ 100% H-C
gelöst 240 " 55% (KW) 1-4+N
Verl. 30 " (85% min.)
1120 m³ H₂ 100%

c-Conversion-Abbau 92,1%; 21,2% Verg.
p.c. " RK " 92,8%; 23% (Aickbrei)
Charged C 27,2% (Aickbrei)
Conv. C
Converted
755 kg C abgebaut
174 kg C verg. 3,3% als CO₂ x 3,65%
501 - 671 kg HD-Olge. 86,4% C in H-C.
131 kg Verluste 89% C (assumed light loss)
540 kg oil yield 45 kg (gasol) 86,1%
50 kg (Aickbrei) 11,2%
437 kg oil (avail.)

Loss Calculation
Verlustrechnung.

	Lu	Pö
L.T.C. Residue		
Schweirückstand	127,5 kg C	146 kg C
Schweirückst. Gas	6,5 "	6,5 "
nicht nachweisbar unverifiziert	45 "	21,5 "
(einschl. Kreislaufgasverlust)	180,0 kg C	174,0 kg C
(incl. circ. gas loss)		

- 2 -
TABLE I - Cont'd.

Residue Processing
Rückstandsaufarbeitung

Distillation (+Gasbi) *light ends*

Residue assumed
72 kg Hy-Rückstand, 90% C (Annahme)
67 " Asche & Kettle Coal
43 " Kat. Solids fr. Paste oil + Film Oil
82 " Festes & Anreiböl-Gläter
264 kg Solids in Lad-down
925 " Festes i. Abschlamm
1189 kg Lad-down
230 " Abschlamm 22,2% Festes
331 " Verkühl. Öl Pre-cool Oil
1750 kg Abstr. S'öl
C.P. Heavy Oil

C.P. Product
1208 kg Abstreifer
13 " Eachkühlöl
1221 kg After Cool. Oil
103 kg Gasol. + light ends
437 " Öl + Gasbi
681 " Schweröl Heavy Oil

331 kg Verd. Öl (Thin Oil)
65 kg Spülöl (Flush Oil)
16 kg Schwelerei (To L.T.C.)
269 kg Anreiböl (To Post Oil)

Centrifuging
Schleuderei
1261 kg Schl. Öl
489 kg Rückstand 37% F-solids
4 " Kat.
16 " Abstr. S'öl
509 kg C.P. Heavy Oil

Pasting Oil + Film Oil
Anreiböl + Gläter
1261 kg Schleuderröl Centrif. Oil
269 " Abstr. S'öl
1570 kg C.P. Heavy Oil

L.T.C. Schwelerei 74,4% Yield

250 kg Pre-cool. oil
13 " V.K. Öl
243 kg After-cool. oil
11 kg Gas
68 kg Coke oil
186 " Festes Solids
254 kg

Losses
Verluste

79 kg in Schwelerei L.T.C.
52 " nicht nachweisbar, bzw. Kreislaufgasverlust
131 kg unverifizierbar, incl. circ. gas loss.

TABLE II

Pölitze
Coal Balance of February 1944.
Kohlebilanz Februar 1944.

Coal Factor
Kohlefaktor

1083 kg	Hydr. Kohle w. dry coal	1000 kg	81,8% C	3,61 E avail.
	6% Asche/Ko n	64 kg	Asche	
	1.8% Wasser	42 kg	Kat. wasserfrei	
	estr. Hydr. Kohle	20 kg	Wasser dry coal	
1000 kg	pure coal	1126 kg	1.8 + Cat.	
39 kg	Gasbenzin	1504 kg	Anreicherung + Gleitöl	(74 kg Paste)
549 kg	s-gasol + mt-oil	2630 kg	festem. Brei mit 4,8% Festem	solids thick paste = 4,9 %
588 kg	si-Mi	40%	Dickbrei w. 53,3% Festem	solids
63 kg	aus 74,5 kg Schweröl	60%	Dünnbrei w. 41,7%	" Thin Paste
525 kg	(85%)	113 kg	Spülöl Tot. inj. without	

Consumption
H₂-Verbrauch

chem. gelöst	745 m ³	H ₂	100% t/t	RR p.c.
Verl.	30 "	"	55% (1-4+H ₂)	(gerechnet) estim.
	1020 m ³	H ₂	100% t/t	RR p.c.

Loss Calculation
Verlustrechnung

Lu	P8
Schmelzrückst.	126 kgC 142 kg O
Schmelzgas L.T.C. Gas	5 " " 5 " "
nicht nachweisbar (einschl. Kreislaufverlust)	44 " " 25,5 " "
	175 kgC 172,5 kg O

C-Conversion

749 kg	abgeb. C	91,5%	abgeb. C	22,2%
182 kg	C vergast	3,3%	abgeb. C	24,3%
			Verflüchtung	28,3%
			+Verg.	

Oil Yield

567 kgC	644 kg	ED Ölgewinn	assumed
119 "		Verl. 69% C	(Annahme)
525 "		Verl. 104 "	66 kg gasol
		Öl gew. 355 "	(11-325) 9,99

unverifiable, incl. circ. gas loss

TABLE II - Cont'd.

Residue Processing
Rückstandsaufarbeitung

Distillation (+ light ends)
C.P. Product

Residue assumed
77 kg Hydrate and 90°C Annahme
64 " Axon fr. Kettle Cool
42 " Cat. solids fr. Pasting & Film Oils
74 " Festes Anreiböl-Gleitöl
257 kg Festes i. Abschläm solids in letdown
957 " Öl Letdown solids
1214 kg Abschläm 21,2% Festes
218 " Vorkühleröl Pre-Cool. Oil
215 " Abstr. oil C.P. Heavy Oil
1647 kg Schleudermischung 15,6% solids
Centrifuge Mixture

1184 kg Abstreifer
14 " Nachkühleröl
1198 kg After Cool. Oil
3 kg Gas, gasol. incl. light ends
170 " Benzin einschl. Gasol
355 " Mittelti Mi-oil
670 " Sied Heavy Oil

327 kg 113 kg 215 kg 15 kg
Z. Anreiböl Spülöl Nordöl Z. Schwelerei
Loses Ferriate To Pasting oil Flush Oil Thinn. Oil To L.T.C.
L.T.C. Schwelerei 70 kg
nicht nachweisbar unverifizierbar
49 kg
119 kg

Centrifuging
Schleuderei

Pasting + Film Oils
Anreiböl + Gleitöl

Residue solids
1177 kg Schl. Öl 470 kg Anstr. 38,5% Festes
4 " Cat
15 " Abstr. S' Oil
489 kg C.P. Heavy Oil

Centrifuge Oils
Schleuderoil 1177 kg
C.P. Heavy Oil
Abstr. S' Oil 327 kg
1504 kg

L.T.C. Schwelerei Yield?
77% Ausbeute
(75,5% ohne Katal)
without Cat. oil

218 kg (K.K.Oil) 10 kg Gas 60 kg Konstrukt. Kokertail
14 " (K.K.Oil) 187 " Festes Solids
232 kg Schwelöl L.T.C. oil 247 kg
After Cool. Oil

KCBraun
3/14/47

COAL BALANCES AFTER FEBRUARY 1944.

Ludwigshafen, June 1, 1944.

Beginning with February the Pöhlitz operating control reports will contain analyses of the L.T.C. residue and L.T.C. gases, instead of the analyses of pasting oil + film oil (Gleitöl) in the input and letdown and total catchpot product in the output, from which data the conversion could be calculated.

The calculation of the conversion, therefore, now contains a certain doubtful quantity. The conversion is possibly lower, never higher⁽¹⁾, and the item "Unverifiable losses" is then correspondingly lower. The latter item also contains the C-losses by circulating gas leaks, since the methane and CO-content of the chemically bound and dissolved make-up gases are deducted before gasification.

The C-content of these "Unverifiable losses" can only be estimated.

The Pöhlitz C-balances give a lower C-deficit than the attached balances. This difference is partly explained by what is said above about conversion and losses⁽¹⁾, and partly by the lower yields from the added heavy oils established by Pöhlitz⁽²⁾.

The low H₂-content of the liquefaction in February deserves particular attention, the low chemically bound H₂ is proportional to it.

(1) - For the established conversion a C-content of the hy-residue of over 100% is calculated from the Pöhlitz analyses. Obviously, the conversion must be lower or the analyses are in error.

(2) - The heavy oil addition is calculated from the input and output. These heavy oils consist of bit. coal tar oils, gas producer tar, petrol. catchpot heavy oil and letdown distillate, together with coal catchpot heavy oil: 12.5% heavy oil from outside oils and 87.5% heavy oil from the coal catchpot.

Table I

T-272

P8142

Coal Balance for March 1944.

Coal Factor

1091 kg dry Hydr. Coal with
6.3% Anh/dry coal & 2.2%
H₂O on dry coal
1000 kg pure coal
45 kg light ends
535 kg s-gasol. + ml oil
581 kg
41 kg fr. 48 kg hv-oils at
85% yield
540 kg

H₂-Consumption

Chem. bd. 850 m³ H₂ 100%
Dissolved 240 " 55% F=C. 1-4 + H₂
Loss 40 " (Estim.)
1120 m³ H₂ 100%

Loss Calculation

	Lu	P8
L.T.C. Residue	127.5 kg C	145 kg C
L.T.C. Gas	6.5 "	6.5 "
unverifiable	46 "	21.5 "
(incl. circ. gas loss)	180.0 kg C	174.0 kg C

1000 kg P.C. 82% C 3.65 H Avail.
67 " Ash
43 " Cat. waterfree
24 " Water
1134 kg Dry coal + Cat.
1530 kg Paste Oil + Film Oil (82 kg.
solids @ 5.4%)
2664 kg Tot. Paste w. 14.8% Solids
65 kg Flush. Oil w. 40% Thick Paste
52.5% Solids
2729 kg Tot. Inj. 60% Thin Paste
Without 43.5% Solids
H₂O & H₂
C-Conversion 92.1% 21.2%
Gasif./Charged C
P.C.-Conversion 92.8% 23%
Gasif. Converted C
27.2% Gasif/oil yield
+ gasif.

755 kg C Converted

174 kg C Gasif. w. 3.3% as C₂ & 3.65%
as CO₂
w.C. in H.C. 1.95

501 - 671 kg HD-Oil Yield 86.4% C

131 kg Loss 89% C (assumed)
43 kg Light ends 86.1% C
540 kg Oil Yield
60 kg Gasol 11.29
437 kg M-Oil H Avail

2092

Residue Processing

72 kg Hy-Residue, 90% (assumed)
 67 " Ash & Coal
 45 " Cat.
 82 " Solids fr. Paste Oil & film Oil
 264 kg Solids in Letdown.
 925 " Oil
 1189 kg Letdown 22.2% Solids
 230 kg Pre-cool Oil
 331 kg C.P. Heavy Oil
 1750 kg

Distillation (+light ends)

1208 kg C.P. Product
 13 " After Cool. Oil
 1221 kg

103 kg gasol. + light ends
 437 kg Mi-Oil
 681 kg Heavy Oil

331 kg Thin. Oil 65 kg Flush. oil 16 kg to L.T.C. 269 kg To Paste Oil

Pasting Oil + Film Oil

1251 kg Centrif. Oil
 269 kg C.P. Heavy Oil

1530 kg

Centrifuging

1261 kg Centr. oil 489 kg Residue 37% Solids.
 4 kg Cat.
 16 kg C.P. Heavy Oil
 509 kg

L.T.C. 74.4% Yield

230 kg Pre-cool. Oil 11 kg Gas 68 kg Coke + Oil
 13 kg After-cool. oil 186 kg Solids
 243 kg 254 kg

Losses

79 kg in L.T.C.
 52 kg unverifiable, incl. circ. gas loss.
 131 kg

409c

TABLE II
P8112

Coal Balance of February 1944

<u>Coal Factor</u>		1000 kg F.C. 51.8% C 3.51 H avail.
1083 kg 3/ann. Hydr. Coal w.		64 kg Ash
6% Ash/dry coal &		42 kg Cat. Water Free
1.5% Water on		20 kg Water
dry Hydr. Coal		1126 kg dry coal 1.8% Cat.
1000 kg Pure coal		1504 kg Pasting & Film Oils (74 kg Solids = 4.9%)
39 kg Light ends		2530 kg Tot. Paste with 44.8%
549 kg a-gasol. - M1-Oil		Solids
		40% Thick Paste w. 53.3% Solids
588 kg		60% Thin Paste w. 41.7% Solids
- 63 kg fr 74.5 kg Heavy Oil		113 kg Flush Oil
525 kg (85%)		2743 kg Tot. Inj. without H ₂ & H ₂ O

C-Conversion 91.5%; Gasif/Charged C 22.2%
 F.C. " 92.3%; Gasif/Conv. C 24.3%
 Gasif/Oil yield
 + Gasif. 25.3%

H₂ Consumption

Chem. bd. 745 m ³ H ₂	100%/t p.c.
Dissolved 250 "	55%/E-C. 1-4 + H ₂
Loss 30 "	(Estim.)
1020 m ³ H ₂	100%/t p.c.

749 kg Conv. C.
 182 kg C Gasif. 3.3% as CO & 3.6% as CO₂

w.c. in H₂O. 1.94

<u>Loss Calculation.</u>	<u>IN</u>	<u>PS</u>
L.T.C. Residue.	126 kg C	142 kg C
L.T.C. Gas	5 " "	5 " "
unverifiable, incl.	44 " "	25.5 kg C
circ. gas loss	175 kg C	172.5 kg C

567 kg C-644 kg HD Oil Yield
119 kg Loss 89% C. (Assumed)
66 kg light ends 87.64% C
525 kg Oil 104 kg Gasol-165 9.99
Yield 355 kg M1-Oil-325 H Avail.

409d

Table II - Continued

T-272

Residue Processing

77 kg by residue 90% C (assumed)
 64 kg Ash fr. Coal
 42 kg Cat.
74 kg Solids fr. Pasting & Film Oils
 257 kg Solids in Letdown
 957 kg Oil
 1214 kg Letdown 21.2% Solids
 218 kg Pre-cool. Oil
 215 kg C.P. Heavy Oil
1647 kg Centrifuge mixture 15.6% Solids

Distillation (+ light ends)

1184 kg C.P. Product
14 kg After cool. oil
 1198 kg
 3 kg Gas
 170 kg Gasol. incl. light ends
 355 kg M1-Oil
 670 kg Heavy Oil
327 kg 113 kg 215 kg 15 kg
 To pasting oil, Flush. Oil, Thinn. Oil, To L.T.C.

Losses

L.T.C. 70 kg
 unverifi-
 able 49 kg
119 kg

Centrifuging

1177 kg 470 kg Residue 38.5 Solids
 Centr. Oil 4 kg Cat
 15 kg C.P. Heavy Oil

Pasting - Film Oils

Centrifuge Oils 1177 kg
 C.P. Heavy Oil 327 kg
1504 kg

489 kg

L.T.C. 77% Yield
 (75.5% Without cat. oil)

218 kg Pre-Cool Oil
 14 kg After Cool. oil 10 kg Gas 60 kg Coke + oil
 232 kg L.T.C. Oil 187 kg Solids

247 kg

Hochdruckversuche
L8/La-558

Zentrum für
Vorzimmer für Dr. Pion 27. Januar 1941/Pr
See also T-177 & T-266

LPH-88

T-271

Aktennotiz IV.

Abschlammfiltration.

I.) Entresten und Entasphaltieren eines Anreibeöles durch Zusatz von 170 Gew. Teilen Leichtbenzin.

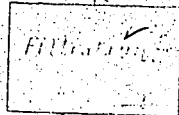
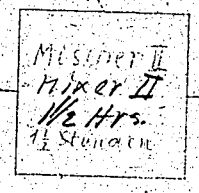
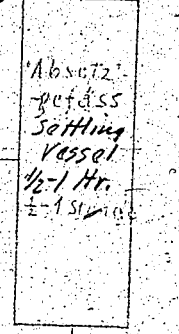
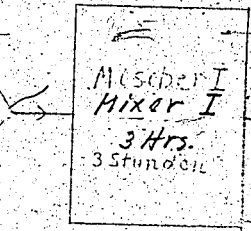
Steinkohlen-Anreibeöl vom Ofen 411 mit 12,9 % Festem, 32,5 % Asche im Festen, 9,4 % s-Aerhalt im Öl, spezifisches Gewicht = 1,06/100°C wurde nach dem folgenden Schema 4 Tage lang verarbeitet: (= 4 Versuche).

Process Scheme I.
Verarbeitungsschema I

100 Parts Pasting Oil
(12.9% Solids, 9.4% Asph.)
Anreibeöl (12.9% F., 9.4% Asph.)

(170 Parts/WT Light Gasol. - 90°C (Solvent)
Sp. Gr. = 0.70

170 Gew. Teile Leichtöl - 90° (Solvent)
(Spez. Gew. = 0.700)



(Solution L₂: Sp. Gr. = 0.75-0.76
Lösung L₂: spez. Gew. = 0.75-0.76)

TO DISTILLATION
23.2 Parts/WT oil with 0.4% Asph.
32 Gew. Teile Rückstand
(32 Parts/WT. Residue)

(Solution L₁: Sp. Gr. = 0.845
Lösung L₁: spez. Gew. = 0.845)

(= 68 Gew. T. Öl mit 3.1% asphalt
= 68 Parts/WT. oil with 3.1% Asphalt (0.2% solids))

Filterleistung (im kleinen) etwa 1 500 kg Anreibeöl/m³/h.
Benzinverluste im Filterrückstand: Durch Absaugen und Durchlüften bei Zimmertemperatur wurde der Filterkuchen in einer Stunde vollständig benzinfrei. d.h. die Benzinverluste können im Betriebe ganz geringfügig gehalten werden. (Durchleiten von Luft durch das Gut im Kreislauf bei bis zu 45°C, Adsorption der geringen Benzinnengen durch A-Kohle).

Analysen des gewonnenen Öles:

spez. Gewicht 1,065/20°C, Viskosität/50°C = 7,3°C,
 Kokstest 7,5.
 Das Öl ist als Mischkomponente für Heizöl brauchbar.

Verwendung des benzinfreien Rückstandes: 1)

1.) Extraktion des Asphaltes (dreimal mit Benzol verrührt, filtriert).

Durch Benzol wurden extrahiert: 15,1 g Öl (0,4 g E/100 g Anreibeöl bzw. 40 g Ges. Rückst. davon 27,7 % Asphalt, 0,2 % Asche. 2)

2.) Brauchbarkeit als Brikkettiermittel nach Dr. Bähr.

(Siehe Aktennotiz III, Nr. 60 2171 vom 13.1.41 Dr. Löcker: Qualitative Verkokungsversuche).

II.) Entasphaltieren und Entfesten des Anreibeöles mit Schwerbenzin und Leichtbenzin.

Die Verarbeitung verläuft wie bei Schema I, nur daß vor dem Mischen I eine „Vorfallung“ mit 200 Gew. Teilen Benzin 90-130°C (Dehydrierfraktion) des Erabag-Verhydrogenbenzins erfolgte und die so erhaltene benzinhaltige Öl-Lösung nach dem Dekantieren zur sich abgezogen wurde und erst dann mit dem Leichtbenzin nach Schema I weitergearbeitet wurde.

1) Bei den Schmelzanalysen des Rückstandes wurden an: 27,7 % Koks, 21,9 % Fein = 2,3 % Asphalten, Verlust = Wasser, Gas, Verlust 3 2

2) Der hohe Aschegehalt kann durch schlechte Filterkuchenreinigung werden.

Gearbeitet wurde ein Kleinstversuch:

Eingebracht: 25 g Anreiböl, 50 g Benzin 90-180°C,
60 g Leichtbenzin -90°C.

Erhalten: L₁ 5,8 g Öl à 3,4 % Asphalt

L₂

(in Se.) } 10,1 g Öl à 2,2 % Asphalt

Zusammen 15,9 g Öl à 2,8 % Asphalt

9,0 g trockener Rückstand

24,9 g in Summe.-

Der getrocknete Rückstand gab extrahiert mit Benzol:

5 g trockenen Filterkuchen

4 g Öl mit 0,86 g Asphalt = 21 %ig.

Die Verwendung eines Schwerbenzins als „erstem“ Fällungs-
mittel und Nachwaschung mit Leichtbenzin wurde versucht, da
gegebenenfalls heisses Öl verarbeitet werden muss, wozu sich
Leichtbenzin in der ersten Stufe bei drucklosem Arbeiten
schlechter eignet. Es war aber bei diesem Versuch selbst noch
nicht mit heissen Lösungen gearbeitet worden, was im Zusammen-
hang mit dem Vorschlag nach III. versucht werden soll.

III.) Vorschlag zur Elektrodenkoks-gewinnung.

Annahme: Die Filtration vom Abschläm nach Dr. W. Jäckh mit
Heptan bei Temperaturen über 200° und höheren Drücken ist
mit Leichtbenzin -90°C¹⁾ (6434-Benzin oder 5058-Benzin) durch-
führbar.

Folgerung:

Der Abschläm wird nach Zusatz von 1,5-2 Gew. Teilen
Benzin nach Dr. W. Jäckh aschefrei filtriert, der Rückstand
entfernt.

1) oder paraffinischem Benzin überhaupt

Das Filtrat wird nach LÖcker mit staubförmigem asche-
freien Koks gemischt, eventuell bei weiterem Benzinzusatz,
gekühlt, gerührt und, so es geht, direkt filtriert oder unter
Zwischenschaltung des Verfahrens nach Schema I.

Der anfallende aschefreie Filterrückstand (Koks + As-
phalt) wird benzinfrei gemacht und bildet das Rohmaterial
für die Herstellung von Elektrodenkoks, das entasphaltete
aschefreie Öl dient als Heizöl oder Anreibeöl.

Analysen:

Dr. Schiffmann
Dr. Boente.
Labor Dr. Dinkler.

gez. LÖcker.

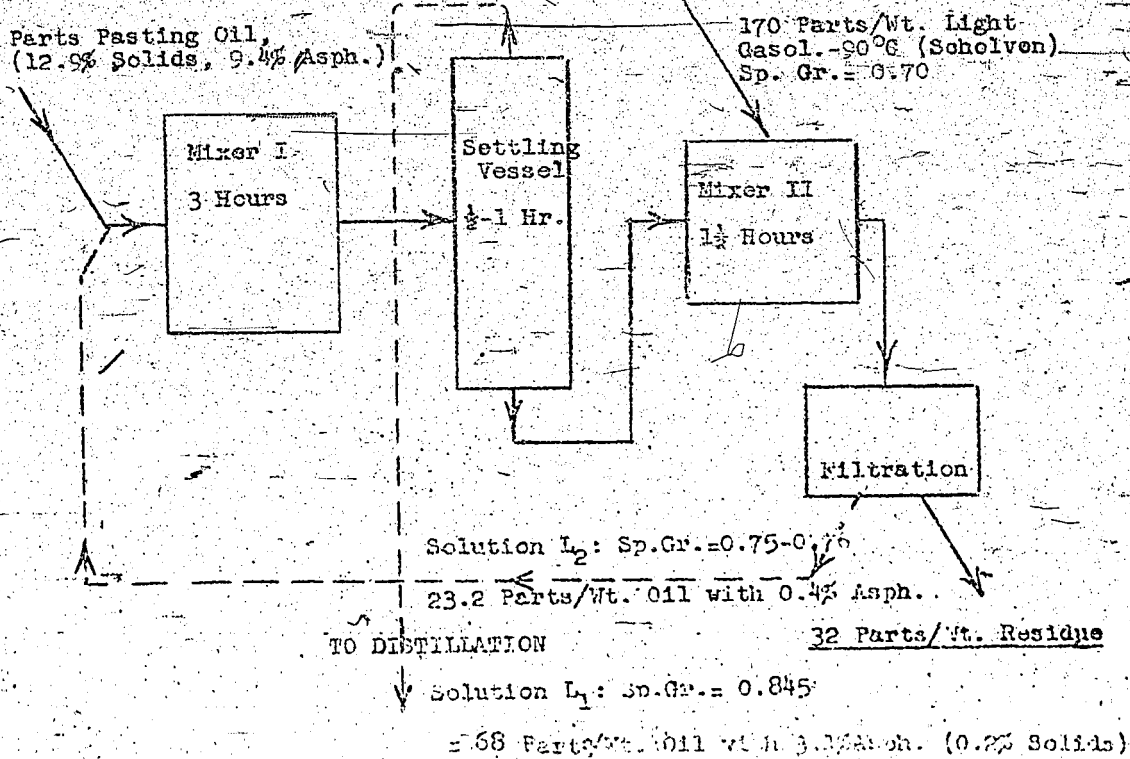
FILTRATION OF LAYDOWN

By Löcker, Ludwigshafen, 27 Jan. 1941.
(See also T-177 and T-206)

I. Removing the Solids and Asphalt from Pasting Oil by Adding 170 Parts/Wt. of Light Gasoline.

Bituminous coal pasting oil from Converter #11, with 12.9% solids, 32.3% ash in solids, 9.4% asphalt in oil, spec. grav. = 1.06/100°C, was processed for a period of 4 days in 4 experiments, according to the following arrangement.

PROCESS SCHEME I



Filter Yield, small scale, abt. 1500 kg. pasting oil/m²/h.

Gasoline Losses in Filter Residue:

By suction and ventilation at room temperature the filter cake was completely freed of gasoline in an hour, i.e. the gasoline losses can be kept very low in plant operations. (Circulating air through the cake at up to 45°C, adsorption of the small quantities of gasoline by A-coal).

Analyses of oils recovered:

Sp. Gravity = 1.065/20°C
Viscosity/50°C = 7.3°C
Coke test, 7.5
The oil can be used as mixture component to fuel oil.

Utilization of the gasoline-free residue:

(L.T.C. analyses of the residue yielded 53% coke, 25.9% tar = 8.3% of pasting oil)

Extraction of the asphalt (stirred with benzol 3 times, filtered)

Extracted by benzol: 15.1 g oil (0.4 g solids/100 g pasting oil or 40 g total residue), of which 27.7% asph. & 0.2% ash. (high ash due to poor filtration).

II. Removing Asphalt and Solids from Pasting Oil by Heavy and Light Gasolines.

The process is similar to Scheme I, except that the stock is first precipitated with 200 parts/wt. of gasoline 90-180°C (dehydrogenation fraction of the Brabag prehydrogenation gasoline) and the oil solution containing gasoline so obtained was drawn off after decantation and then further processed with light gasoline according to Scheme I.

A very small test was run:

Input: 25 g pasting oil, 50 g gasol. 90-180°C,
60 g light gasoline-90°C.

Output: L₁ 5.8 g oil @ 3.4% asphalt,
L₂ 10.1 g " @ 2.2% asphalt,

Total 15.9 g oil @ 2.8% asphalt,
9.0 g dry residue,

Total 24.9 g

413 L

The dry residue extracted with benzol produced:

5 g dry filter cake,
4 g oil with 0.86 g asphalt = 21%.

We tried heavy gasoline as a presettling agent and later washing with light gasoline, since hot oil may have to be processed, for which light gasoline is less suitable for the first stage when working without pressure. However, we did not use hot solutions in this experiment, which is to be tried in proposal III.)

III. Proposal to Recover Electrode Coke.

Assumption: According to Dr. W. Jäckh, the filtration of the letdown with heptane at temperatures above 200°C and elevated pressures is possible with light gasoline -90°C (6434 or 5058 gasoline) or paraffinic gasoline in general.

Conclusion: According to Dr. Jäckh, the letdown is filtered free of ash when adding 1.5-2.0 parts/wt. gasoline. The residue is removed.

According to Löcker, the filtrate is mixed with pulverized, ash-free coke, possibly additional gasoline added, cooled, stirred and, if possible, filtered directly or after first using process Scheme I.

The ash-free filter residue produced (coke and asphalt) is freed of gasoline and forms the raw material for electrode coke. The deasphalted, ash-free oil is used for fuel or pasting oil.

413 c

27 May 1941
0718

LPH-89

T-205
K10
D

HYDRIERWERKE POLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
Hydrierwerke Pölitz Aktiengesellschaft, Stettin-Pölitz

DRAHTWORT FERNSPRECHER FERNSCHREIBER GESCHRIFTSZEIT POSTSCHECK
Hugo Stettin-Pölitz 571 K 1 Berlin 421 8-17 Stettin Pölitz
Stettin-Pölitz Stettin 25341 Hugo Pölitz Sonnab. 8-12

AG. Farbenindustrie Akt.Ges.
Abteilung Rotdruckversteine
Aufwandsstellen 3/Rhein

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Ihre Zeichen Ihre Nachricht vom Unsere Nachricht vom Unsere Zeichen
661/5a STETTIN-PÖLITZ den 22.5.1943

Bericht Summenphase-Kontakte

Wir haben festgestellt, dass die Alkalität unserer ober-schlesischen Hydrierkohle im Laufe der letzten Monate anstieg und jetzt den Wert von ca. 50 g H₂SO₄/kg erreicht hat. Die Alkalität pro 1% Asche beträgt ungefähr das Doppelte wie bei der Braunkohle (Scholven und Gelsenberg) und liegt absolut genommen mit Rücksicht auf die Neutralisation des Chlors sogar um eine Zehnerpotenz höher als diese. Zum Vergleich geben wir Ihnen nachstehend die entsprechenden Daten:

Probenkohle	Scholven	Gelsenberg	Pölitz
% Asche	4,3	3,3	5,8
Alkalität (g H ₂ SO ₄ /kg)	ca. 10	8	52
Alkalität/1% Asche	2,3	2,4	5,5
Cl	0,045	0,1	0,03

Die Alkalität der ober-schlesischen Kohle liegt damit fast in der Größenordnung der Braunkohlen-Alkalität, sodass in Analogie zur Braunkohle ein Materialangriff zu erwarten ist, infolge des Chlorgehaltes bei unserer Kohle nicht zu beächtigen sein dürfte.

Die für die Bestimmung der Alkalität benutzte Methode wurde seinerzeit gemeinsam festgelegt; wir bitten die Beschreibung der Bestimmungsmethode in der Anlage bei.

Aufgrund dieser Feststellungen möchten wir Sie um Mitteilung bitten, ob hiernach Ihnen noch Forderungen bestehen, das (bisher zur Neutralisation des Chlors benutzte) Sulfidgen im Hochdruck nicht mehr vor der Aufheizung, sondern erst im ersten Ofen auszugeben, um dadurch den Einfluss des Sulfidgens auf die Krustenbildung im Verholer der Kohlekarmeren auszuschließen.

21. Mai 1943
21/017a

Hell Häderl
HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

1 Anlage

[Handwritten signature]