

Anlage 2 - TABLE 2.

Angabe der einzelnen Werke über den Gasphasenkreislauf.
Data from Individual Works on Vapor Phase Circulating System

Druckbereich atm	300					
Hydratwerke	Pölitze		Gelsenberg	Scholven		Me (Leuna)
Kontakt-Catalyst	6434	6434	5058/6434	5058	6434	5058/6434
Druck atm <i>Press. Suct. Side</i>	283	290	285	285	285	215
Druck atm <i>Press. Side</i>	319	321	320	325	325	-
wo Gashydrate beobachtet <i>where hydr. were found</i>	-	300	-	-	-	-
Temp. d. Kreislaufgases <i>Temp. of circ. gas</i>	19	19	15-30	33	33	} ca 25-30°
saugseitig <i>Suct. Side</i>	34	27	35-45	47	47	
druckseitig <i>Press. "</i>	-	10	-	-	-	-
an d. Stelle wo Gashydr. beobachtet <i>at point gas hydr. was found</i>	-	zeitweilig	-	-	-	-
Temp. des Abstreifers <i>Temp. of strip. product</i>	15-20°	33° (partly)	15-30°	28°	27°	25-30°
Beobachtung v. Gashydrates <i>observation of hydr.</i>	nein-no	ja, im Prod. Kühler <i>Yes in Prod. Cooler</i>	nein-no	nein-no	nein-no	nein-no
kg H ₂ O/100 cbm Kreislaufgas <i>kg H₂O/100 cbm circ. gas</i>	?	?	2,5	1,8	3,6	-
kg H ₂ O/cbm K ₂ H ₂ O-Carbons <i>kg H₂O/cbm K₂H₂O-Carbons</i>	-	-	0,23	0,10	0,78	-
Zusammensetzung-Composition <i>composition</i>	auf der Saugseite <i>on Suct. Side</i>	auf der Saugseite	auf der Saugseite	Suct. Tank Ausgang Saugflasche <i>Suct. Tank Outlet</i>	Suct. Tank Ausgang Saugflasche	Stall/Output Ausgang der Kammern
CO ₂ /CO	0,0/0,6	0,0/0,0	ca 0,014/0,0	0,02/0,19	0,0/0,0	0,00/0,28
H ₂ S	0,0	0,0	ca 0,05	0,005	0,01	0,22
O ₂	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-
H ₂	91,0	94,2	80,0	81,1	95,3	86,94
CH ₄	5,0	3,0	7,0	11,0	3,4	5,46
C ₂ H ₆	-	-	7,0	5,9	0,11	5,57
C ₃ H ₈	2,9	2,8	2,0	1,0	0,10	0,21
C ₄ H ₁₀ /nC ₄ H ₁₀	m. 2,21	m. C: 3,0	0,7	0,39	0,55	0,55
C ₅ & höhere höher <i>C₅ & higher higher</i>	-	-	ca 0,3/0,2	0,14/0,09	0,30/0,16	0,60
% Ungesättigte-Unsaturated	-	-	ca 0,7	0,05	0,08	0,15
gr NH ₃ /cbm m ³	0,004	0,007	0-0,4	0,06	-	0,02
Kammern - Stalls	3,4,5	4	-	11,12	3,03	-
Datum - Date	15.1.42	18.1.41	1940-42	-	9.10	14.5.40

501

7-386

TABLE 3. *for calculating Dew-Point Curves*
 Anlage 3. (zur Berechnung von Taupunktskurven)

Approx. values of Equilib. Constants.

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

of Methane, Ethane, Propane, n-Butane, iso-Butane and Pentane
 Abhängigkeit vom Gesamtdruck.
~~dependant on total pressure~~

Temperatur °C	0°						10°						15,6°						21,1°						
	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄ H ₁₀	iC ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄	iC ₄	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	n C ₄	i C ₄	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	n C ₄	i C ₄	C ₅ H ₁₂	
3,5	30	5,2	1,4	0,34	0,48	0,12	36	6,0	1,8	0,48	0,68	0,180	42						50						
7	15	2,6	0,7	0,17	0,24	0,06	17,5	3,0	0,90	0,24	0,34	0,090	20	3,1	1,0	0,30	0,45	0,011	24,5	4,0	1,17	0,35	0,54	0,136	
14	7,5	1,42	0,41	0,11	0,16	0,037	8,5	1,7	0,51	0,16	0,226	0,055	9,5	1,83	0,60	0,185	0,28	0,067	12,2	2,0	0,67	0,2	0,32	0,084	
21	5,3	1,08	0,32	0,085	0,12	0,032	6,2	1,24	0,41	0,126	0,178	0,045	7,0	1,36	0,47	0,149	0,22	0,052	8,1	1,45	0,51	0,17	0,26	0,069	
28	4,3	0,90	0,28	0,071	0,10	0,025	5,1	1,05	0,37	0,105	0,148	0,039	5,5	1,14	0,40	0,129	0,19	0,046	6,1	1,2	0,44	0,15	0,23	0,058	
35	3,9	0,80	0,25	0,065	0,092	0,029	4,5	0,90	0,32	0,095	0,134	0,035	4,8	0,97	0,36	0,117	0,17	0,041	5,0	1,0	0,40	0,13	0,20	0,050	
42							3,75	0,75	0,30	0,090	0,126	0,033							4,0		0,383	0,12			
49							3,2	0,64	0,28	0,085	0,120	0,035							3,4		0,375	0,116			
56							2,8												2,9		0,382	0,115			

Temperatur °C	- 12,2°					
KW Hydro-Carbon	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄ H ₁₀	iC ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂
14	7	1,3	0,34	0,086	0,12	0,030
21	5	1,0	0,26	0,07	0,10	0,024

KCBraun
6/17/47

Gas Hydrates in Circulating Lines
By Rommenschner, Ludwigshafen, June 30, 1942.
(With 3 Sketches)

From the data sent us by the hydrogenation works some rough calculations were made about the possibility of the formation of gas hydrates in the liquid and vapor phase circulating lines in hydrogenation and compared with the observations made by the individual works on the formation of gas hydrates. Since the given compositions of the circulating gases do not vary greatly from each other, it did not seem necessary to make separate calculations for each individual case, but only the most important cases were taken. The others may then be classified and arranged according to their own special conditions.

Tables 1 and 2 show the most important data submitted by the works on the liquid and vapor phase circulating lines as a basis for calculation. Some works did not give the percentage content of the various hydrocarbons in the circulating gas, but only the percentage of the total and the mean C of the hydrocarbons. Because the composition of the hydrocarbons was necessary for the calculation, it was estimated in these cases from Ludwigshafen data. As may be seen from the tables, water is injected into the circulating gas lines in all works except Merseburg (Leuna). The quantities vary between abt. 0.3 to 4.2 kg H₂O/100 m³ circulating gas or between 0.01 and 0.8 kg/m³ hydrocarbons. Hence, H₂O in liquid phase is surely present in the pipe lines between H₂O injection and H₂O separation, i.e. the formation of gas hydrates is possible at certain pressure-temperature relations. On the other hand, the quantities of water are not enough to prevent plugging by gas hydrates with assurance. Hammettschmidt mentions a case in American practice in which gas hydrates could not be removed with an injection of 0.5 kg H₂O/m³ gas. The diagrams of Fig. 1 were used to calculate the curves of initial gas hydrate formation in the pressure-temperature diagram, in the presence of H₂O in liquid phase. The phase diagrams of the hydrates of pure hydrocarbons, methane, ethane, propane, n-butane, are known from literature, compare Fig. 1, diag. 1. They were discussed in detail at the round table meeting of December 4, 1941. According to investigations by Benton, Frost, and others, the gas hydrates of hydrocarbons behave like solutions of solids. Diagram 3 of Fig. 1 was taken from an article by Willard, Wilcox, Carson and Katz, in which the equilibriums of hydrocarbons forming mixed hydrates

$$k = \frac{\text{Mol } S \text{ in gas}}{\text{Mol } S \text{ in gas hydrate}}$$

are shown compared to the total pressure of the hydrocarbon mixture, on a logarithmic scale, for a temperature of 35°F = 1.7°C. The experimental data for the curves are still very meager. The curve for n-butane is particularly uncertain. Isobutane does not seem to form a mixed hydrate with the other hydrocarbons. If the Raoult law were valid for a system of gas mixture and gas hydrate, the curves of diagram 3 would be straight lines at an angle of 45°. This is shown by the following consideration:

If, at a given temperature, in diagram 3; P = total pressure of gas mixture, p_i = partial pressure of a component of the gas mixture, z_i = the mol fraction of the same component in vapor phase, x_i in the solid phase, and P_i = the decomposition pressure of the pure gas hydrates of the components

592a

In question, then, according to the Dalton-Boyle law

$$p_1 = n_1 \times P = n_1 \times W_1,$$

It follows that

$$k = \frac{p_1}{n_1} = \frac{W_1}{V}, \text{ or}$$

$$\log k = \log P + \log W_1,$$

i.e., if $\log k$ is plotted against $\log P$, we get a straight line at an angle of 45° . As may be seen in diagram 3, the values of $\log k$ drop at a greater angle than 45° against $\log P$. With n-butane the curve reverses itself at higher pressures, which corresponds to the behavior of the less volatile components of a gas-liquid system. The curves of the initial gas hydrate formation of 3 natural gases, diagram 2, are taken from the same article as diagram 3. A comparison of diagrams 1 and 2 shows that the sharp bend C has been replaced by a curve, which is all the flatter, the smaller the mean C of the gas mixture. In the first approximation the curves consist of 2 straight lines slightly inclined against each other. Now, while with the pure hydrocarbons, point C is determined by the intersection of the gas hydrate curve with the vapor pressure curve of the hydrocarbon in question, the position of the initial change of direction in hydrocarbon mixtures is approximately given by the intersection of the gas hydrate curve with the dew-point curve of the gas mixture, or with the straight dew-point curve projected beyond the critical point. In the case of curve B, the dew-point curve projected beyond the critical point is indicated. The critical point is probably in the neighborhood of 10°C . Average values of the equilibrium constants given in literature, partly calculated from the volatiles, partly experimentally determined in binary systems ($\text{CH}_4\text{-C}_2\text{H}_6$, $\text{CH}_4\text{-n-C}_4\text{H}_{10}$, $\text{C}_2\text{H}_6\text{-n-C}_4\text{H}_{10}$), were used in calculation. The values used are given in table 3. Compare "Ind. & Eng. Chem." 24 (1932), 25 (1934), and 32 (1940).

No data are available in literature on the behavior of gas hydrate formers C_2H_6 , C_3H_8 , as well as CO_2 and H_2S in mixture with the gas hydrate formers methane, ethane, propane and n-butane, nor on the influence of H_2O -pressure on the formation of hydrates. These factors were neglected in the calculation. The pressure of the initial hydrate formation, as well as the approximate composition of the gas hydrates, was first calculated from diagram 3 at a temperature of 1.7°C . For gas mixtures with an average C to about 1.32 the further course of the curve was extrapolated with the aid of diagram 2. For gas mixtures with a higher mean C the course of the gas hydrate curves to its intersection with the dew-point curve, also calculated, was approximated from diagrams 1 and 2, and continued from there with a slightly greater slope than the curves of diagram 2. The limit of error of the calculation is approximately $\pm 3^\circ\text{C}$ on the assumption that the diagrams of Fig. 1 are correct.

The method of calculation is more clearly illustrated by an example on the Welheim liquid phase circulating gas. The hydrocarbon gas mixture has the following composition, see Fig. 2, gas A:

Mol % CH_4	= 57.2
C_2H_6	= 22.9
C_3H_8	= 13.2
n- C_4H_{10}	= 4.6
i- C_4H_{10}	= 0.9
C_5H_{12}	= 1.2

572 b

1). Calculating the Pressure of the Initial Gas Hydrate Formation and the Composition of the Gas Hydrate at a Temperature of 1.7°C.

From the composition of the hydrocarbon gas mixture, the composition of the gas hydrate forms figures to be:

$$\begin{aligned} \% \text{ CH}_4 &= 58.4 \\ \% \text{ C}_2\text{H}_6 &= 23.4 \\ \% \text{ C}_3\text{H}_8 &= 13.5 \\ \% \text{ n-C}_4\text{H}_{10} &= 4.7 \end{aligned}$$

At the initial gas hydrate formation the mol fractions x_i of the individual components in the vapor phase are given by this composition, x_i being the mol fractions in the solid phase. Diagram 3 shows that at a pressure of 3.6 atm for the hydrate former, $x_i = 1$. At this pressure, therefore, gas hydrate is formed of the following composition:

$$\begin{aligned} x_1 &= 0.015 \text{ (CH}_4\text{)} \\ x_2 &= 0.025 \text{ (C}_2\text{H}_6\text{)} \\ x_3 &= 0.34 \text{ (C}_3\text{H}_8\text{)} \\ x_4 &= 0.57 \text{ (n-C}_4\text{H}_{10}\text{)} \end{aligned}$$

2). Calculating the Dew-Point Curve.

At initial condensation the mol fractions x_i of the individual components in the vapor phase are given by the composition of the hydrocarbon mixture (CH₄, C₂H₆, C₃H₈, C₄H₁₀, C₅H₁₂). Let x_i be the mol fractions in the liquid phase.

At a temperature of 0°C, the following may be calculated from the equilibrium constants x_i/x_i of Table 3 for a pressure of 7 atm:

$$\sum x_i = 0.82, \text{ or } \sum x_i = 1.55 \text{ for a pressure of 14 atm.}$$

By linear extrapolation we get a pressure of 9.4 atm for $\sum x_i = 1$.

At a temperature of 10°C, the following are calculated from the equilibrium constants x_i/x_i of Table 3 for a pressure of 14 atm:

$$\sum x_i = 1.02, \text{ or } \sum x_i = 1.29 \text{ for a pressure of 21 atm.}$$

By linear extrapolation we get a pressure of 13.5 atm for $\sum x_i = 1$. At 0°C, therefore, the dew-point pressure = 9.4 atm, at 10°C = 13.5 atm.

Now, in the first approximation the dew-point curve is given by a straight line through these points, within a narrow temperature range in a $\log p_i/T$ diagram. For a hydrocarbon mixture with a very low mean G , in which the critical range already lies within the temperature range of 5 to 15°C, the dew-point pressures were calculated for -32.2° and 0°C, and the dew-point curve was drawn through these points and extended beyond the critical range.

3) Estimating the Remaining Course of the Gas Hydrate Curve.

Since the gas mixture contains more propane and n-butane than the natural gases of diagram 2, Fig. 1, and the gas hydrate curves of pure propane and n-butane are steeper than those of pure methane and ethane, the gas hydrate curve to its intersection with the dew-point curve is also steeper than the gas hydrate curves of the natural gases. The slope was roughly estimated graphically as $tg = 1.3$. The second part of the gas hydrate curve, beyond its intersection with the dew-point curve, was also assumed to be somewhat steeper than the curves for the natural gases.

As shown in Fig. 2 and 3, the observations satisfactorily agree with the calculation. In only one case, Weaseling liquid phase, was a gas hydrate observed at a temperature a few degrees outside of the calculated range of gas hydrate formation. It is possible that the discrepancy is due to neglecting the CO_2 and H_2S contents, comparatively high in this case.

The following can be said about the influence of H_2 pressure on the formation of gas hydrates:

It is well known that a high H_2 partial pressure causes an increase in the vapor pressure of the hydrocarbons, hence a shifting of the dew-point curve towards higher temperatures and pressures. A similar effect can also be expected on the curve of the initial gas hydrate formation, though nothing can be said about the magnitude of this effect.

For more exact determination of the phase diagram of the gas hydrates, course at high pressure, as well as for the clarification of the influence of inert gases, the injection of oil, alcohol and other liquids, experiments are shortly to be made in high pressure operations with pure gases and mixtures of gases of compositions such as are found in liquid and vapor phase circulating systems. Until experimental results are available, the above calculations must be considered preliminary.

/fkp

592 d

Data from Individual Works on the Liquid Phase Circulating System

Press. Range atm	500 - 700					300					
	Politz		Golsenberg	Welheim		Wasseling		Scholven		Es (Lounz)	Böhlen
Hydro-Works											
Freez. atm Suction Side	649	645	645	595 (2)	495	442	442	285	285	215	
" " Press. Side	708	704	700	645	520	452	452	325	325		
" " at which gas hydr. were observed	-	655	-	-	498	-	452	-	-	-	
Temperature of Circul. Gas °C											
suct. side	48	37	50-70	35	25	45	35	44	44	abt. 40°	30-40°
press. side	59	56	45-55	40	28	52	42	54	54		
before cooler	36	7	50-60	220-230	165	46	46	55	55		
after " "	32	30	30-40	49	20	35 (1)	35	35	35		40-70°
at point gas hydr. were found	-	7	-	-	20-25	-	25	-	-	-	-
Observation of Gas Hydrates	no	Yes, before Gas Cooler (at 7°C)	no	no	Yes, behind Gas Cooler	no	Yes, in Gas Cooler	no	no	no	in severe cold in Gas Cooler
kg H ₂ O/100m ³ circ. gas behind cold catchpot	0.5	1.54	4.16	H ₂ O in Liq. Ph. present	3.9	H ₂ O in Liq Phase present		0.75	0.75	-	0.35
kg H ₂ O/100m ³ circ. gas where gas hydrate was found	-	1.54	-	-	3.9	-	-	-	-	-	-
kg H ₂ O/m ³ Hydro-Carbons	0.035	0.11	0.36	-	0.14	-	-	0.029	0.03	-	0.012
Composition of Circul. Gas	on suct. side	on suct. side	after circ. syst. cooler	on suct. side	behind gas cooler	on suct. side	on suct. side	before cooler	after cooler	still outlet	still outlet
CO ₂ /CC	1.0/0.5	0.3/0.9	0.03/0.8	0.00/0.51	0.00/0.70	4.18/4.29	4.18/4.29	0.12/0.4	0.13/1.3	4.74/5.94	0.41/2.9
H ₂ S	0.2	0.1	0.035	0.07	0.04	0.39	0.39	0.08	0.11	1.09	0.6
O ₂	0.0	0.0	-	0.00	0.00	0.0	0.0	0.00	0.0	0.00	0.00
H ₂	76.0	78.1	79	63.53	63.93	73.46	73.46	73.4	74.0	66.33	65.5
N ₂	6.9 (1)	8.0 (1)	9	5.54	8.30 (1)	3.25 (1)	3.25 (1)	7.1	7.3	5.87	4.8
CH ₄	11.1 (1)	11.9 (1)	8	17.31	21.1 (1)	11.7 (1)	11.7 (1)	14.5	15.0	12.85	21.5
C ₂ H ₆	1.5	1.5	2	6.96	4.0	1.6	1.6	2.3	1.4	1.46	2.7
C ₂ H ₄	0.8	0.7	0.7	4.00	2.0	0.7	0.7	1.8	0.72	0.96	1.1
C ₃ H ₈	0.05/0.25	0.05/0.25	0.07/0.43	0.28/1.39	0.08/0.42	0.04/0.20	0.04/0.21	0.07/0.35	0.03/0.21	0.04/0.24	0.06/0.34
C ₄ H ₁₀ & Higher	0.2	0.2	0.2	0.36	0.1	0.15	0.15	0.08	0.04	0.15	0.1
% Unsaturated	0.4	0.0	-	-	-	0.42	0.42	-	-	0.33	-
Gr NH ₃ /m ³	0.007	0.025	0.01	0.35	0.21	0.006	0.006	0.02	0.02	-	-
Still Date	12 15.1.42	13.15 21.2.41	1-5	1.12.41	Dec. 37	Jan. 42	Winter 41	March 42	March 42	17.12.40	-

- (1) Estimated from % Hydro-Carbons, mean C and Lu Data.
 (2) Common Liq. & Vap. Ph. Circulating System

TABLE 2

T-386

Data from Individual Works on Vapor Phase Circulating System

Press. Range atm	300					
Hydro-Works	P&Litts		Gelsenberg	Scholven		Es (Louna)
Catalyst	6634	6434	5058/6434	5058	6434	5058/6434
Press. atm Suct. Side	289	290	285	285	285	215
Press. Side	319	321	320	325	325	-
where Gas Hydrates were found	-	300	-	-	-	-
Temp. of Circul. Gas °C						
Suct. Side	19	19	15-30	33	33	25-30°
Press. Side	34	27	35-45	47	47	-
at point Gas hydr. was found	-	at times 10°	-	-	-	-
Temp. of c.c.p. product °C	15-20°	33° (at times 10°)	15-30°	28°	27°	25-30°
Observation of Gas Hydrates	no	Yes, in Prod. Cooler	no	no	no	no
kg H ₂ O/100 m ³ Circ. Gas in system	?	?	2.5	1.8	3.6	-
kg H ₂ O/m ³ Hydro-Carbons	-	-	0.23	0.10	0.78	-
Composition	on suct. side	on suct. side	on suct. side	suct. tank outlet	suct. tank outlet	stall outlet
CO ₂ /CO	0.0/0.6	0.0/0.0	0.04/0.0	0.02/0.19	0.15/0.0	0.00/0.28
H ₂ S	0.0	0.0	0.05	0.005	0.01	0.22
O ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	-
H ₂	91.0	94.2	80.0	81.1	95.3	86.94
N ₂	5.0	3.0	7.0	11.0	3.4	5.46
CH ₄	-	-	7.0	5.9	0.11	5.57
C ₂ H ₆	2.9	2.8	2.0	1.0	0.10	0.21
C ₃ H ₈	-	-	0.7	0.39	0.55	0.55
iC ₄ , nC ₄ , nC ₅ , nC ₆	m. 2.21	m. 3.0	0.3/0.2	0.14/0.09	0.30/0.16	0.60
C ₇ & higher	-	-	0.7	0.05	0.08	0.15
% Unsaturated	-	-	-	-	-	0.02
gr NH ₃ /m ³	0.004	0.007	0-0.4	0.06	0.03	-
Stalls	3,4,5	4	-	11,12	9,10	-
Date	15.1.42	18.1.41	1940-42	-	-	14.5.40

5927

TABLE 3. (For calculating Dew-Point Curves)

Approx. Values of Equilib. Constants $k = \frac{\text{Mol \% in Gas}}{\text{Mol \% in Liquid}}$ of Ethane, Ethane, Propane, n-Butane, iso-Butane and Pentane Dependent on Total Pressure

Temperature °C	0°						10°						15.6°						21.1°						
Hydro-Carbon	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄ H ₁₀	iC ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄	iC ₄	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄	iC ₄	C ₅ H ₁₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄	iC ₄	C ₅ H ₁₂	
Press. atm																									
3.5	30	5.2	1.4	0.34	0.48	0.12	36	6.0	1.8	0.48	0.68	0.180	42						50						
7	15	2.6	0.7	0.17	0.24	0.06	17.5	3.0	0.90	0.24	0.34	0.090	20	3.1	1.0	0.30	0.45	0.021	24.5	4.0	1.17	0.35	0.54	0.136	
14	7.5	1.42	0.41	0.11	0.16	0.037	8.5	1.7	0.51	0.16	0.226	0.055	9.5	1.83	0.60	0.185	0.28	0.067	12.2	2.0	0.67	0.2	0.32	0.084	
21	5.3	1.08	0.32	0.065	0.12	0.032	6.2	1.24	0.41	0.126	0.178	0.045	7.0	1.36	0.47	0.149	0.22	0.052	8.1	1.45	0.51	0.17	0.26	0.069	
28	4.3	0.90	0.28	0.071	0.10	0.025	5.1	1.05	0.37	0.105	0.148	0.039	5.5	1.24	0.40	0.129	0.19	0.046	6.1	1.2	0.44	0.15	0.23	0.058	
35	3.9	0.80	0.25	0.065	0.092	0.029	4.5	0.90	0.32	0.095	0.134	0.035	4.8	0.97	0.36	0.117	0.17	0.042	5.0	1.0	0.49	0.13	0.20	0.050	
42							3.75	0.75	0.30	0.090	0.126	0.033							4.0		0.383	0.12			
49							3.2	0.64	0.28	0.085	0.120	0.035							3.4		0.375	0.116			
56							2.8												2.9		0.382	0.115			
Temperature °C	-12.2°																								
Hydro-Carbon	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	nC ₄ H ₁₀	iC ₄ H ₁₀	C ₅ H ₁₂																			
Press. atm																									
14	7	1.3	0.34	0.086	0.12	0.030																			
21	5	1.0	0.26	0.07	0.10	0.024																			

592 g

L. Ph - 104

F-354

Hochdruckversuche
Lu 588

3.2.41. Do/R.

KL3

batr. Einsparung von Molybdän in der Schmelzphase.

Zur Zeit werden die in Pöhlitz zur Verfügung stehenden Rohstoffe ~~Steinkohlenteerpech, Generatorteer und Steinkohlenteeröl~~ über 325° im Gemisch 1:1:1 im 10 Ltr. Ofen mit 2 % Eisen - Titan - Grude auf Schweröl gefahren. Nach dem bisherigen Befund scheint es möglich zu sein, das Gemisch mit diesem Kontakt bei Durchsatz 0,5 unter Rückführung von ^(light oil bottom) (Schweröl) 1: 0,4 und Abschläm 1.0,2 zu verarbeiten. Die Schwerölrückführung ist notwendig, um den Ofen bei der für den Fest- und Asphaltabbau erforderlichen Temperatur von rd. 484° beherrschen zu können. Der in Mengen von 15 - 20 % von Frischöl anfallende Neuabschlamm ließ sich im kleinen Kugelofen störungsfrei verschwelen. Einen Vergleich des Konsums und der Fahrweise mit früheren und Mo-Kat. enthält anliegende Tabelle.

7 Frühere Versuche im 1 Ltr. Ofen bei 600 at mit Steinkohlenteerpech (17 % Festes) gaben mit Mo-Grude Kat. +Cl Mittelöl Leistung ,36 mit Fe S-Kontakt ¹⁾ 0,21-0,36 also eine um ca 30-40 % kleinere Leistung.

7 Ein Versuch mit St.K. Generatorteer-Rückstand (spez. Gew./ 0,85/100°, 7 % Festes 33 % Asphalt, 7 Hdisp/100 C lief 14 Tage ohne Schwierigkeiten, nachdem die Abschlämrückführung an Teil ¹⁾ auf je ein Teil Frischöl erhöht worden war. Als Kontakt wurde 1% Grude mit FeSO₄ und 0,2 % Na₂S verwendet. Zu bemerken ist allerdings, dass sich dieser Teerrückstand leichter verarbeiten lässt, als Kokereiteerpech.

1) geschwefelte Lutzmasse

Zusammenfassend ist auf Grund der Kleinversuche im 1 u. 10

Ltr. Ofen zu sagen, dass sich die Pölitzer Steinkohlenteermischung, die ja nur $\frac{1}{3}$ Steinkohlenteerpech enthält, mit Eisenkontakt ohne Molybdän fahren lassen wird. Wahrscheinlich wird zumindest mit dem jetzigen Eisenkontakt eine Leistungsverminderung von schätzungsweise 20 % eintreten.

Auf Grund anderer Versuche im 10 Ltr. Ofen erscheint ein Zusatz dieser Teermischung zur Kohle (etwa 15 % auf Kohle) ohne Verschlechterung der Ertragsleistung möglich.

Tabelle.

Verarbeitung von Steinkohlenteerpech.

Kontakt Rohstoff	Mo-Grade	Eisen-Titan- Grade	Eisen-Titan- Grade
	Ruhrteergemisch P 1416 get.		Pöhlitzer Roh- stoffe P 1408 + P 1404 + P 1214 get. (1 : 1 : 1)
Eigenschaften			
spez. Gewicht/100°C	1,062	1,062	1,104
% Festes	8	8,1	12,9
% Asche im Festen	4,5	4,5	4,8
% Asphalt im Öl	26,7	26,7	16,9
% -325°C im Öl	2,4	2,4	3,1
Durchsatz	0,64	0,62	0,5
Abschlammrückführung			
% vom Frischöl	0	0	10
Schwerölrückführung			
% vom Frischöl	50	50	30
Ofentemperatur °C	478	476	484
Kontaktmenge %	1,0	1,5	2,0
Leistung (Bl + Mi + S'öl)	0,51	0,48	rd. 0,4
Schmelzung des Abschlamms im Kugelofen	nicht durchführ- bar	nicht durchführ- bar	durchführbar
Ofen			
	411	411	411
Tag			
	21., 25. und 29. 9.40	4. u. 14. 9.40	Februar 1941

Saving Molybdenum in the Liquid Phase
High Pressure Research, Ludwigshafen, 3 February 1941

At the present time, the raw materials available in Pölitz, bituminous coal tar pitch, gas producer tar, and bituminous coal tar oil are processed in a mixture of 1:1:1 to heavy oil in a 10 Ltr. converter above 325° C with 2% iron-titanium-Grude (coko). According to results obtained to date, it appears possible to process this mixture with a space-time thruput of 0.5, a reflux of 1:0.4 heavy oil (light oil bottoms) and 1:0.3 letdown. The heavy oil reflux is necessary to be able to control the converter at a temperature of about 484° C required for the conversion of solids and asphalt. The new letdown obtained in quantities of 15 - 20% of the fresh oil could be carbonized without any trouble in a small ball kiln. The attached Table 1 shows a comparison of the raw material and the operating method with those formerly used and Mo-catalyst.

Former experiments with bituminous coal tar pitch (17% solids) in a 1 Ltr. converter at 600 atm yielded 0.36 middle oil with Mo-Grude catalyst + Cl₂ and 0.21 - 0.26 with FeS-catalyst (sulfured lammass), or a yield lower by about 30 - 40%.

An experiment with bituminous coal gas producer tar residue, spec. gravity 1.085/100°C, 7% solids, 33% asphalt and 7 available H/100 C, ran for 2 weeks without any difficulty, after the letdown reflux had been increased to 1 part for each part fresh oil feed. The catalyst used was 1% Grude with FeSO₄ and 0.2% Na₂S. It should, however, be noted that this tar residue is easier to work than coke oven tar pitch.

In summary, it may be said on the basis of small experiments in 1 and 10 Ltr. converters that the Pölitz bituminous coal tar mixture, which contains only 1/3 bit. coal tar pitch, can be processed with iron catalyst without molybdenum. It is probable that with the present iron catalyst the yield will be decreased at least 20%.

On the basis of other experiments in a 10 Ltr. converter it appears that this tar mixture could be added to the coal, about 15% of the coal, without decreasing the yield.

/fkp

595 a

Table 1

Processing Bituminous Coal Tar Pitch

Catalyst	Mo-Grude	Fe-Tit-Grude	Fe-Tit-Grude
Raw Material	Ruhr Tar Mixture		Pölitz
Properties:			
Sp. Grav/100°C	1.062	1.062	1.104
% Solids	8	8.1	12.9
% Ash in Solids	4.5	4.5	4.8
% Asph. in Oil	26.7	26.7	16.9
% -325°C in Oil	2.4	2.4	9.8
Thruput	0.64	0.62	0.5
Letdown Reflux, % of Fresh Oil Feed	0	0	40
Heavy Oil Reflux, % of Fresh Oil Feed	50	50	30
Converter Temp. °C	478	476	484
Catalyst Quantity, %	1.0	1.5	2.0
Yield (gasol. + mi-oil + Heavy Oil)	0.51	0.48	0.4
L.T.C. of Letdown in ball kiln	not possible	not possible	possible
Converter	411	411	411
Date	Sept. 1940	Sept. 1940	Feb. 1941

595 h

L. H. - 105

T-381

Hochdruckversuche
In 558

2. 3. 1942. Gr./2

Durchgesehen
Vorzimmer Dr. Dr. Pflor

Hydrierergebnisse der oberschlesischen Kohleproben
Fürstengrube und Valeskagrube im Drehautoklaven.

Wir erhielten:

- am 25.4.41 eine 40 kg-Probe der Fürstengrube, Vessola, Kreis Pleß
0 - 10 mm
von den Staatl. Kohlengruben Brzesozze (K 1239)
- und am 20.10.41 eine 35 kg-Probe der Valeskagrube, Mittel Lazisk,
Kreis Pleß Naß II
von der Valeskagrube (K 1248).

Die Kohleproben hatten im Anlieferungszustand 8,95 bzw. 6,58 %
Asche in Trockenkohle und wurden mit Schwerlösung im Laboratorium
auf 2,2 bzw. 2,7 % Asche entascht.

Die analytischen Untersuchungen dieser Kohlen sind in Tabelle I
im Vergleich zur Durchschnittsprobe aus Beuthen- und Heinitzgrube
(K 1242 v. 22.4.41), die im Großversuch Ka 804 gefahren wurde, ent-
halten.

Beide Kohleproben liegen im C-Gehalt etwas niedriger und im
Flüchtigengehalt höher als die Vergleichskohle K 1242. Der dispon.
Wasserstoff ist bei Fürstengrube etwa wie bei K 1242, während er bei
Valeskakohle deutlich besser liegt. Dagegen hat Fürstengrube höhere
Chlorgehalt.

Die Hydrierergebnisse sind in Tabelle II enthalten.

Die beiden Kohleproben geben bei der Hydrierung im Autoklaven
praktisch gleiche Werte, obwohl in der Analyse geringe Unterschiede
vorhanden sind. Bei Fürstengrube wirkt offenbar der etwas niedrigere
C-Gehalt und der höhere Chlorgehalt günstig, während bei Valeskakohle
der höhere dispon. Wasserstoff für die Hydrierbarkeit vorteilhaft
ist. Gegenüber der Vergleichskohle K 1242, die im C-Gehalt höher
liegt, wurden mit den beiden Proben in Abbau und Asphalt etwas günsti-
gere Daten erhalten; die Vergasung ist, auf gleiche Spaltung bezogen,
bei den 3 Proben praktisch gleich. Beide Kohleproben sind für die
Hydrierung gut geeignet.

gemeinsam mit
Dr. Schiffmann
" Lemme.

gez. Graßl

596

799

Tabelle I.
Analytische Daten.

	K 1239		K 1248		K 1242
	Fürstengrube (Brzeszcze)		Walaskagrube (Kreis-Ples)		Bauthen + Höinitz
	v. 25. 4. 41		v. 20. 10. 41		(Durchschnitt) v. 28. 4. 41
	Original	lab.ent- ascht	Original	lab.ent- ascht	
% Asche i. Trocker- kohle	8,95	2,19	6,58	2,74	4,90
Elementar-Analyse a. R.K.					
% C	78,74	80,23	81,41	81,32	82,74
% H	4,89	4,96	5,22	5,35	4,78
% O	13,03	11,99	10,95	10,98	10,37
% N	1,74	2,24	1,68	1,88	1,77
% S fl.	1,60	0,45	0,74	0,45	0,32
% S ges.	1,85	0,63	0,98	0,67	0,56
Chlor	0,013	0,13	—	0,026	0,025
% Flüchtiges	38,82	39,43	40,31	39,26	37,09
H dispon.	3,53	3,68	4,24	4,37	3,74
Alkalität g H ₂ SO ₄ /kg T.K.	27,0	12,1	27,7	—	17,7
Schwefelanalyse a. R.K.					
% Urteer	9,92	11,80	13,26	13,91	9,99
% Reinkoks	75,10	73,71	74,57	75,46	77,59
Analyse der Asche:					
SiO ₂	27,96	22,97	25,09	24,27	34,99
Fe ₂ O ₃	23,95	17,40	18,32	14,23	10,76
Al ₂ O ₃	20,60	31,07	22,49	31,66	26,01
CaO	9,45	12,27	11,56	9,94	9,60
MgO	4,32	2,94	6,10	4,61	4,81
K ₂ O + Na ₂ S	1,20	1,44	1,10	1,08	1,55
SO ₃	7,04	7,15	12,29	10,47	9,59
P ₂ O ₅	3,53	3,63	2,71	2,75	0,83
Cl	—	—	—	Spuren	—
TiO ₂	1,28	1,43	0,86	0,98	1,57

Hydrierergebnisse der oberschlesischen Kohleproben
Fürstengrube und Valeskagrube im Drehautoklaven
bei 600 atm

Versuchsbedingungen:

Anheizzeit: 3 Stunden
 Reaktionszeit: 3 Stunden
 Temperatur: 23,5 MV (~450°)
 Druck: ca. 600 a
 Kontakt: 1,2 % Fe der Kohle getränkt
 + 1,5 % Baye.
 + 0,3 % S (Alfigran)
 Anreibedl: Steinkohlensolerschweröl + Pech (9:1)
 Kohle: Öl = 1 ; 1 .

Tabelle II.

Kohle	K 1239 v. 25.4.41 Fürstengrube lab. entascht	K 1248 v. 20.10.41 Valeskagrube lab. entascht	K 1242 v. 28.4.41 Durchschnitts- probe aus Beuthen- + Heinitzgrube (Kohle f. Groß- vers. Ka 804)
Abbau	98,3	98,2	96,0
Spez. Gew. v. Öl/20°	1,052	1,038	1,060
% Asphalt i. Öl	3,7	3,8	5,0
% Asphalt i. Schwer- öl	6,1	6,5	7,8
% Neubildung - 325°	100,5	98	94
% Vergasung a. Neubildg. + Vergas.	21,7	21,0	20,5

KCB:ram
6/10/47

Results of Hydrogenation of Upper Silesian
Coal Samples in a Revolving Autoclave
By Grasse, Ludwigsgrube, 2 March 1942

We received a 40 kg. sample, 0 to 10 mm, from the Fürstengrube, Vessola, Kreis Pless, on April 25, 1941, (K-1239), and a 35 kg. sample, #11 mt, from the Valoskgrube, Mittl. Luisk, Kreis Pless, on October 20, 1941, (K-1242).

The coal samples contained 3.95 and 6.58%, respectively, of ash in the dry coal as delivered, and were de-ashed in the laboratory with a heavy solution (Schwerlösung) to 2.2 and 2.7%, respectively.

The analyses of these coals are given in Table I, in comparison with an average sample from Bauthen- and Heinitzgrube, (K-1242 of Apr. 23, 1941), run in a large scale experiment in Stall 804.

Both coal samples are somewhat lower in C-content and higher in volatile content than the comparative coal K-1242. The available H_2 in the Fürstengrube coal is about the same as in K-1242, while it is distinctly better in the Valoska coal. Fürstengrube, by comparison, has a higher chlorine content.

The results of hydrogenation are shown in Table II.

Practically equal values are obtained with both samples in hydrogenation in a revolving autoclave, although there are minor differences in the analyses. The lower C-content and higher chlorine content plainly have a favorable influence on the Fürstengrube coal, while with Valoska coal the greater available H_2 is advantageous for hydrogenation. Compared to the comparative coal K-1242, which has a higher C-content, both samples showed better results in conversion and asphalt. Gasification, based on equal splitting, is practically the same for all three samples. These coal samples are well suited to hydrogenation.

/flp

578a

KCBram
6/10/47

Results of Hydrogenation of Upper Silurian
Coal Samples in a Revolving Autoclave
By Grasse, Ludwigshafen, 2 March 1942

We received a 40 kg. sample, 0 to 10 mm, from the Furstengrube, Vessola, Kreis Pless, on April 25, 1941, (K-1239), and a 95 kg. sample, #11 mt., from the Valoskgrube, Mittel Lusat, Kreis Pless, on October 20, 1941, (K-1242).

The coal samples contained 3.95 and 6.58%, respectively, of ash in the dry coal as delivered, and were de-ashed in the laboratory with a heavy solution (Schwerlösung) to 2.2 and 2.7%, respectively.

The analyses of these coals are given in Table I, in comparison with an average sample from Bauthen- and Meinitzgrube, (K-1242 of Apr. 23, 1941), run in a large scale experiment in Stall 804.

Both coal samples are somewhat lower in C-content and higher in volatile content than the comparative coal K-1242. The available H_2 in the Furstengrube coal is about the same as in K-1242, while it is distinctly better in the Valoska coal. Furstengrube, by comparison, has a higher chlorine content.

The results of hydrogenation are shown in Table II.

Practically equal values are obtained with both samples in hydrogenation in a revolving autoclave, although there are minor differences in the analyses. The lower C-content and higher chlorine content plainly have a favorable influence on the Furstengrube coal, while with Valoska coal the greater available H_2 is advantageous for hydrogenation. Compared to the comparative coal K-1242, which has a higher C-content, both samples showed better results in conversion and asphalt. Gasification, based on equal splitting, is practically the same for all three samples. These coal samples are well suited to hydrogenation.

/flp

578a

TABLE I. ANALYTICAL DATA

	K-1239 Fürstengrube		K-1248 Valesgrube		K-1242 Bauthen- Heinitz (Average)
	Original	De-ashed	Original	De-ashed	
% ash in dry coal Analyses/pure coal	6.95	2.19	6.58	2.74	4.90
% C	78.74	80.23	81.41	81.32	82.74
H	4.89	4.96	5.22	5.35	4.78
O	13.03	11.99	10.95	10.98	10.37
N	1.74	2.24	1.68	1.88	1.77
S, volatile	1.60	0.45	0.74	0.45	0.32
S, total	1.85	0.63	0.98	0.67	0.56
Cl	0.013	0.13	-	0.026	0.025
% volatile	38.82	39.43	40.31	39.26	37.09
Available H	3.53	3.68	4.24	4.37	3.74
Alkalinity, H ₂ SO ₄ /Kg Dry Coal	27.00	12.1	27.7	-	17.7
L.T.C. Anal/pure coal					
% crude tar	9.92	11.80	13.26	13.91	9.99
% pure coke	75.10	73.71	74.57	75.46	77.59
Ash analyses					
% SiO ₂	27.96	22.97	25.09	24.27	34.99
Fe ₂ O ₃	23.95	17.40	18.32	14.23	10.76
Al ₂ O ₃	20.60	31.07	22.49	31.66	26.01
CaO	9.75	12.27	11.56	9.94	9.60
MgO	4.32	2.94	6.10	4.61	4.81
K ₂ O + Na ₂ O	1.20	1.44	1.10	1.08	1.55
SO ₃	7.04	7.15	12.29	10.47	9.59
P ₂ O ₅	3.53	3.63	4.71	2.75	0.83
Cl	-	-	-	Traces	-
TiO ₂	1.28	1.43	0.86	0.98	1.57

Results of Hydrogenation @ 600 atm.

Conditions of Experiments:

Preheat time, 3 hrs.
 Reaction " 3 "
 Temperature, 23.5 mV (450° C)
 Pressure, 600 atm.
 Catalyst, 1.2% FeSO₄ + 1.5% Bayermasse + 0.3% Na₂S (Sulfigran)
 Pasting Oil, bit. coal tar heavy oil + Pitch (9:1)
 Coal:Oil = 1:1

TABLE II

	K-1239 Fürstengrube de-ashed	K-1248 Valesgrube de-ashed	K-1242 Average sample Bauthen-Heinitz
Conversion	98.3	98.2	96.0
Spec. Grav. of oil/20°C	1.052	1.038	1.060
% asphalt in oil	3.7	3.8	5.0
% " in heavy oil	6.1	6.5	7.8
% new formation-325°C	100.5	98	94
% gasif/new form. + gasif.	21.7	21.0	20.5

598b

2.1.41-106

7-368
K03

Hydrierwerk Scholven A.-G., Gelsenkirchen-Buer

Vorstand: Dr. Friedrich Foll, Friedrich Brühning
Aufsichtsratsvorsitzender: Wilhelm Zengelmann

Postfach Nr. 151

Postamt:
7 Amt Gelsenkirchen
S.-Nr. 20061

An die

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.,
z. Hd. von Herrn Dir. Dr. P i e r ,

Ludwigshafen/Rhein

Abtlg. Hochdruckversuche

Drahtwort:
Hydrierwerk

Bank-Verbindungen:
Deutsche Bank,
Filiale Heddinghausen
Westfälische Bank A.-G.,
Bochum

Reichsbank Buer i. W.

Postsparkonto:
Essen 35304

Ihr Zeichen Ihre Nachricht vom Unser Zeichen Tag
Dr. U./H. 30. Jan. 41 Pa.-

In der Anlage übersenden wir Ihnen eine
Aktennotiz über unsere Erfahrungen beim Toppen
von Abzählarm und Schleuderrückwand in der
Topfkolonne bzw. im Schwelofen bei niedrigen
Temperaturen.-

1 Anlage.

Heil Hitler!

Hydrierwerk Scholven
Aktiengesellschaft

1.1.43

Aktennotiz

Betr.: Erfahrung bei der Toppung von Schleuderrückstand und Abschlamm.

Zu Beginn des Jahres 1940 wurden bei uns Versuche unternommen, den Schleuderrückstand vor der Schwelung im Kugelofen in einer Toppkolonne einzudicken. Diese Toppkolonne hatte eine Höhe von 10 Metern und einen Durchmesser von 1,20 Metern. Im Innern der Kolonne waren vier durchlochte Prallbleche mit einem Neigungswinkel von etwa 45° angebracht, die den Zweck hatten, den von oben herabfallenden Schleuderrückstand zu verteilen, sodass der im Gegenstrom zugeführte Heißdampf bzw. das erhitzte H_2 -Gas wirksamer das im Schleuderrückstand vorhandene Öl herausdestillieren konnte. Der Schleuderrückstand war vor der Einspritzung in die Kolonne im Produktvorheizer des Schwelofens auf etwa 18 mV, entsprechend ca. 350°C , aufgeheizt worden, während der entgegenströmende Dampf bzw. das H_2 -Gas im Überhitzer des Schwelofens auf etwa 25 mV, entsprechend ca. 465°C , erhitzt worden war. Als Kopfprodukt ging hierbei der Dampf bzw. das Gas mit den verdampften Ölteilen des Schleuderrückstandes ab. Letztere wurden in einem Kühler kondensiert und als Toppöl gewonnen. Es gelang hierbei, den Schleuderrückstand einzudicken von einem Festwert von ca. 40% auf einen solchen von ca. 55%. Das entspricht einem Ölgewinn von ca. 150 kg Öl/t Schleuderrückstand. Der eingedickte Schleuderrückstand wurde aus dem unteren Teil der Kolonne mittels einer Pumpe in den Schwelofen mit einer Temperatur von etwa 15 mV eingespritzt. Besondere Vorteile beim Schwelen dieses getoppten Schleuderrückstandes konnten aber nicht beobachtet werden.

Wenn man das eingedickte Produkt überhaupt nicht schwelt, sondern erkalten läßt, so erhärtet es allmählich. Es hat etwa folgende Zusammensetzung:

55%	Festes
45%	Asche im Festen
25%	Asphalt im Öl
90°C	Erweichungspunkt nach K.S.

und läßt sich als Brikettierungsmittel und ähnl. verwenden. Aus Gründen der Weiterverarbeitung (Mahlen etc.) und um möglichst viel Öl abzutoppen, wäre es erwünscht, den Schleuderrückstand noch mehr einzudicken. Alle Versuche, dies zu erreichen, beispielsweise durch Erhöhen der Temperaturen von Produkt und Dampf, durch Änderung der Durchsätze

etc. brachten aber nur geringe Erfolge. Es gelang infolge der kurzen Verweilzeit in der Kolonne höchstens auf einen Topprückstand von etwa 60% zu kommen. Auch Versuche zur Toppung von Abschläm hatten ähnliche Erfolge.

Es zeigte sich also, daß die Toppkolonne zu einer intensiven Eindickung der Hydrierrückstände infolge der kurzen Verweilzeit und der geringen Zufuhr an Wärmeenergie sich nur schlecht eignet. Hinzu kommt noch, daß vor allem bei der Fahrweise mit Dampf im Gegenstrom eine deutlich feststellbare Neubildung von Festem auftritt, wobei natürlicherweise wertvolle Stoffe (Öle und Asphalte) vernichtet werden.

Auf Vorschlag von Herrn Dr. Urban wurde deshalb eine andere Möglichkeit der Eindickung von Hydrierungsrückständen, vor allen Dingen von Abschläm, versucht. Zu diesem Zwecke wurde ein Schmelofen bei einer Temperatur von 23 mV (= 435°C) mit Abschläm, der im Vorheizler auf 15 mV aufgewärmt worden war, eingespritzt. Bei diesen Temperaturen findet noch keine wesentliche Krackung statt, während die bis 475° siedenden Ölteile abdestillieren. Die Verweilzeit des Produktes im Ofen ist etwa 1/2 Stunde. Im Ofen selbst wird gegenüber dem normalen Schmelofen noch eine zweite Austragsmöglichkeit in Form einer Überlaufstauchung angebracht, sodass man die flüchtig-heißen Topprückstände ablaufen lassen kann. Es gelang hierbei, einzelf auf größere Durchsätze zu kommen (der erreichte Durchsatz von etwa 4 t Abschläm/Std. läßt sich wahrscheinlich noch erhöhen, wenn man die Temperaturen entsprechend ändert), zum anderen konnte auch eine größere Menge Öl abgetoppt werden. Wenn man beispielsweise einen Abschläm von 25% Festem auf 50% Festes eindickt, so fallen dabei aus einer Tonne 1/2 Tonne Toppöl an. Das entspricht einer Ölausbeute von 66,6%, bezogen auf die ursprünglich vorhandene Menge an Öl und Asphalt.

Der Schmelofen läuft bei dieser Fahrweise einwandfrei und ohne Störung. Da für den anfallenden Topprückstand auch interessierte Abnehmer vorhanden sind, und da weiterhin diese Fahrweise eine gewisse Entlastung der Rückstandsverarbeitung bringt, erscheint diese Verarbeitungsweise durchaus rentabel. Weiterhin kann man (durch die Herausnahme einer bestimmten Menge an Festem und Asphalt aus dem Hydrierungskreislauf) die Mehrrückführung dieser Stoffe, wie sie beispielsweise durch die Nachechleuderung eintreten würde (vgl. Monatsbericht August 1940), zum Teil annulliert werden. Dadurch würde die gesamte Rückstandsverarbeitung auf eine rentablere Grundlage gestellt.

Die Kombination Nachschluderung und Toppung gewinnt umso mehr an Bedeutung, wenn man Abschlämme mit besonders hohen Asphaltgehalten verarbeiten muß, wie sie beispielsweise bei der Herstellung von Heizölen auftreten werden.

7. Wieweit es möglich ist, Schleuderrückstände abzutoppen; ohne dabei Asphalte zu vercracken, und welche Ölgewinne dabei zu erwarten sind, soll demnächst ebenfalls betrieblich versucht werden. Da bei der seit heringer Schmelzung nur mit einer Ölausbeute von etwa 75% zu rechnen ist, verspricht diese Möglichkeit u.U. auch Aussicht auf Erfolg, wenn man für die getoppten Schleuderrückstände einen geeigneten Verwendungszweck findet.

Buer-Scholven, den 28.1.41 Pa.-

L. Ph-106

Zurück an T-360
Vorzimmer Dir. Dr. Pler K03

Abschrift /R

Gewerkschaft Mathias Stinnes

Hauptverwaltung: Essen, Viehofer-Strasse 46

Abteilung III Schl./H
Hausapparat Nr. 124

Essen, den 18. Juli 1941

Herrn Dr. B ä h r
m./Bf. I. G. Farbenindustrie A. G.,

Ludwigshafen a./Rhein

Absprachegemäss übersenden wir Ihnen einen Bericht
unseres Hauptlaboratoriums über die Untersuchungsergeb-
nisse der Topp - Hydrierprodukte des Hydrierwerkes
S c h o l v e n auf ihre Eignung als Bindemittel bei
der Brikettierung zur gefl. Kenntnisnahme.

Glückauf und Heil Hitler!
Gewerkschaft Mathias Stinnes
Die Direktion

gez. Unterschrift gez. Unterschrift

Anlage.

75014

603

Hauptlaboratorium Mathias Stinnes.

Tgb. Nr. 782

Essen - Karan, den 17. Juli 1941

An die

Chemische Abteilung

Essen.

Bericht über die Untersuchung von 2 Proben "Topp - Rückstand"
und "Topp - Abschlamm" des Hydrierwerkes Scholven A.G.

Eingesandt von Herrn Betriebsdirektor Dr. Urban.

I.

Die derzeitige Notwendigkeit, Steinkohlenteerpech bei der Brikettierung einzusparen, um dasselbe für andere Verwendungszwecke frei zu machen, führt dazu, nach Ersatzstoffen für Teerpech zu suchen. Das Hydrierwerk Scholven stellte als Beitrag zur Lösung dieser Aufgabe 2 Proben Hydrierrückstände zur Verfügung. Es war zu untersuchen, wie diese Materialien zusammengesetzt waren und welche Eigenschaften dieselben als Bindemittel für die Brikettierung besaßen.

- 2 -

604

II.

Analytische Daten.

Tabelle 1.

	Topp-Rückstand	Topp-Abschluss
Erweichungspunkt (K. und S.)	96°	104°
Asche	11,37 %	10,32 %
Flüchtige Bestandteile	47,99 %	47,22 %
Feststoffe	59,80 %	56,40 %
CS ₂ - Lösliches	54,70 %	59,50 %

Man ersieht aus Tabelle 1, dass beide Materialien ziemlich ähnlich zusammengesetzt sind. Die Erweichungspunkte liegen in der Nähe von 100°, was in Hinblick auf die Brikettierung von Nachteil ist. Der Aschegehalt mit 10 - 11 % ist noch tragbar, da bei geringen Zusätzen der Aschegehalt des Briketts nur wenig erhöht wird. Die Feststoffe - das sind die in Tetralin -Kresol (80 : 20) unlöslichen Anteile - besitzen keine bindenden Eigenschaften. Bei einem Anteil derselben von nahezu 40 % ist zu erwarten, dass sich die Bindekraft der Produkte gegenüber Steinkohlenteerpech stark rückläufig bewegt. Den gleichen Rückschluss lassen die CS₂- löslichen Anteile mit 55 - 60 % zu.

III.

Bestimmung der Bindekraft.

Wenn somit die analytischen Daten kein besonders günstiges Bild ergeben, so ist diese Charakteristik doch nicht ausreichend, um über die Eignung als Bindemittel bei der Brikettierung ein sicheres Urteil zu fällen. Hierzu berufen ist dagegen

die Bestimmung der Bindekraft, eine Brikkettierungsmethode, die von Broch und Ne de Lmann entwickelt und dem praktischen Betriebe nahegebildet worden ist. Zur Herstellung der Brikkettiermischung aus Kohle und Pech dient ein Knetwerk, in dem die Mischung und Erwärmung vor sich geht. Die fertige Mischung wird in Formen gefüllt und in einer hydraulischen Presse zu Brikketts geformt.

Die Versuchsbedingungen gehen von Kohle unter 3 mm Körnung und von Pech unter 0,5 mm Teilchengröße aus und verwenden bei 10 Minuten Knetwerksdauer und 225 kg/cm² Pressdruck eine Knetwerktemperatur von 115° und eine Pressformtemperatur von 135°. Diese Normalbedingungen, die für Teerpech festgelegt wurden, fanden in gleicher Weise bei der Prüfung der Hydrierrückstände Anwendung.

Die nach dieser Vorschrift hergestellten Versuchsbrikketts werden auf Biegefestigkeit beansprucht und der dabei gemessene Festigkeitswert, auf kg pro cm² bezogen, gilt als Maßstab für das Bindevermögen des Peches.

Tabelle 2.

Festigkeiten der mit Hydrierrückständen in der Versuchsanordnung hergestellten Brikketts.

	6,5 %	7,0 %	8,0 %	9,0 %	10,0 %
Topp - Rückstand	6,7	7,2	8,4	11,2	14,0
Topp - Abschlamm	6,0	6,5	8,0	10,1	12,3

Zur Beurteilung der Ergebnisse in Tabelle 2 ist die Kenntnis der mit Teerpech erzielbaren Festigkeiten notwendig.

Tabelle 3.

Festigkeiten der mit Teerpech-Mathias-Stinnes in der Versuchs-
 apparatur hergestellten Briketts.

3,50 % Teerpechzusatz	=	7,0
"	=	8,7
5,00 %	=	13,3
6,00 %	=	17,0
6,50 %	=	19,0
7,00 %	=	21,4

Aus dem Vergleich beider Tabellen geht hervor, dass die Hydrierrückstände in dem Gebiet zwischen 6,5 und 10 % - als Inhalt auf die Brikettmischung bezogen - nur die Hälfte der Bindekraft von reinem Teerpech aufweisen. Eine Verwendung des Topp - Rückstandes sowie des Topp - Abschlammes in ursprünglicher Form als Bindemittel bei der Brikettierung kommt daher aus wirtschaftlichen Gründen wohl kaum in Betracht.

IV.

Eigenschaften von Mischungen aus Hydrierrückständen mit Teerpech.

Die zur Beurteilung vorliegenden Proben weisen als Mangel auf, dass ihr Erweichungspunkt für den Brikettierungsprozess zu hoch liegt. Der deutlich erkennbare Vorteil des Topp - Rückstandes gegenüber dem Topp - Abschlamme ist zum Teil darauf zurückzuführen, dass ersterer einen Erweichungspunkt von 96° besitzt, während der Topp - Abschlamme erst bei 104° denselben Viskositätsgrad erreicht. Bei den Versuchsbedingungen der Laboratoriumsapparatur, die in Hinblick auf den Erweichungspunkt schon sehr günstig gewählt sind, wirkt sich die Spanne von 8° sichtbar im Fließvermögen aus.

Teerpech, wie es für die Brikettierung üblicherweise

verwendet wird, liegt im Erweichungspunkt bei ca 70°. Es war daher zu erwarten, dass geschmolzene Mischungen aus Teerpech und Hydrierückständen sich bereits allein aus dieser Betrachtung heraus günstiger verhalten würden als die ursprünglichen Proben ohne Teerpechzusatz. Das Mischungsverhältnis wurde stets zu gleichen Teilen aus Teerpech und Hydrierprodukt gewählt. Die in derselben Apparatur und unter den gleichen Versuchsbedingungen durchgeführten Prüfungen führten zu den Ergebnissen in Tabelle 4.

Tabelle 4.

Festigkeiten der mit geschmolzenen Mischungen aus Teerpech und Hydrierrückständen im Verhältnis 1:1 hergestellten Briketts.

		6,5	7,0	8,0	9,0	10,0
		%	%	%	%	%
Topp - Rückstand und Teerpech	(1:1)	13,6	14,3	16,4	19,4	21,9
Erweichungspunkt: 79°						
Topp - Abschläm und Teerpech	(1:1)	12,1	12,4	14,6	-	-
Erweichungspunkt: 81,5°						

Die Festigkeitszahlen in Tabelle 4 lassen folgendes erkennen:

Bei 8 % Bindemittelgemisch, bestehend aus 4 % Teerpech und 4 % Topp - Rückstand, ergibt sich eine Kennziffer von 16,4. Wie aus Tabelle 3 hervorgeht, liefert 4 % Teerpech allein nur eine Festigkeit von 8,7. Auf die restlichen 4 % Topp-Rückstand entfallen also 7,7 kg/cm², d.h. der Hydrieranteil geht mit rund 90 % der

Bindekraft des Teerpeches in die Mischung ein

Stellt man andererseits die Frage, welche Teerpechmen-

7 ge aufgewendet werden muss, um die mit 8 % Gemisch erreichte Festigkeit von 16,4 zu erzielen, so kann man aus Tabelle 3 ablesen, dass hier für noch nicht 6 % erforderlich sind. Bei dieser Rechnung entsprechen also 2 % Teerpech 4 % Topp-Rückstand oder mit anderen Worten Der Topp-Rückstand besitzt nur die halbe Bindekraft von reinem Teerpech.

7 Die verschiedenen Schlussfolgerungen, je nach der durchgeführten Überlegung, sind dadurch zu erklären, dass die Beziehungen zwischen Teerpechmenge und Festigkeit der Briketts bei der graphischen Darstellung keine durch den Schnittpunkt des Koordinaten-Systems laufende Gerade bilden. In Tabelle 3 ist dies klar erkennbar. Während 7 % Teerpech 21,4 kg/cm² Festigkeit ergibt, erhält man mit der halben Pechmenge von 3,5 % nur den dritten Teil der Festigkeit, nämlich 7,0 kg/cm².

Unter dem Zwang, Teerpech einsparen zu müssen und bei der Annahme, dass nur 4 % Teerpech angewendet werden dürfen, lassen sich durch Zusatz der gleichen Menge Hydrierrückstände die Brikettqualitäten in vorteilhafter Weise verbessern. Als wirksames Moment ist hierbei ausschlaggebend, dass sich 8 % einer Mischung aus gleichen Teilen Teerpech und Hydrierprodukt besser in der Kohle verteilen lassen als 4 % Teerpech allein. Bei dieser Auslegung wird demnach die Ausnutzung der Bindekraft des Teerpeches durch den Zusatz des Topp-Rückstandes ergiebiger vor sich gehen und das Topp-Produkt nur die Rolle eines Streckmittels spielen. Ob sich daneben in den geschmolzenen Gemischen zwischen Teerpech und Hydrierprodukten innere Umsetzungen zu Verbindungen höherer Klebekraft abspielen, mag dahin gestellt bleiben, da eine direkte Beweisführung nicht möglich ist.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass eine Verwendung von Hydrierrückständen als Bindemittel bei der Brikettierung nur in Mischung mit Teerpech zweckmässig ist. Eine Einsparung von Teerpech ist auf diese Weise möglich. Über die Wirtschaftlichkeit des neuen Verfahrens lassen sich im Augenblick keine Angaben machen, da Unterlagen über die Preisbildung der getoppten Rückstände bisher fehlen.

V.

Schl u ß f o l g e r u n g .

Als Nutzanwendung aus den Ergebnissen des vorliegenden Berichtes möchte ich vorschlagen, dass für den in Aussicht genommenen Grossversuch in der Brikettfabrik der Zeche Alstaden-Oberhausen als Bindemittel

8 %

eines homogenen Gemisches verwendet werden, welches aus gleichen Teilen Teerpech und Topp-Rückständen durch Schmelzen hergestellt worden ist. Die Vermahlung hat nach den Richtlinien auf ein Korn unterhalb 1 mm zu erfolgen.

gez. Hoffmann

KCBraun
5-16-47

The Topping of Hydrogenation Letdown
and Centrifuge Residue

I. - Experience in Topping Centrifuge Residue and Letdown
Scholven, 30 January 1941
(See also T-330)

Beginning 1940 we started experimenting with concentrating the centrifuge residue in a topping column before L.T. carbonization in the ball kiln. This topping column had a height of 10 m and a diameter of 1.2 m. On the inside of the column were 4 perforated baffles at an angle of inclination of 45° for the purpose of dispersing the centrifuge residue falling from the top, so that the super-heated steam or heated by-gas in counter current could more effectively distill the oil in the residue. The residue was heated to about 18 mV, or 350° C, in the product preheater of the L.T.C. kiln before injection into the column, while the steam or by-gas was heated to about 25 mV, or 465° C, in the superheater of the L.T.C. kiln. The steam or gas with the vaporized oil constituents passed off the top of the column. The latter were condensed in a cooler and recovered as topping oil. It was possible to concentrate the residue from a solids content of about 40% to one of about 55% in this manner. This corresponds to an oil recovery of about 150 kg oil per ton of centrifuge residue. The concentrated centrifuge residue was pumped from the bottom of the column and injected into the kiln at a temperature of about 15 mV. However, no special advantages could be detected in the carbonization of this topped centrifuge residue.

If the concentrated product is not carbonized at all, but permitted to cool, it gradually hardens. It has the following approximate composition:

55% solids,
4.5% ash in solids,
25% asphalt in oil,
90° C softening point.

It may be used as a briquetting medium or for similar purposes. For further processing (grinding, etc.) and to recover as much oil as possible, it would be desirable to concentrate the centrifuge residue still further. However, all attempts in this direction, e.g. increasing the temperature of product and steam, varying the thruputs, etc. brought only slight results. Due to the short residence time in the column, it was possible to obtain a topping residue of at most 60%. Experiments in topping the letdown brought the same results.

These experiments showed that the topping column is ill suited to the intensive concentration of hydrogenation residues, because of the short residence time and the low supply of heat energy.

In addition, it has been clearly demonstrated that, when operating with steam in counter current, new solids are formed, thru which valuable substances, oils and asphalts, are destroyed.

610a

At the suggestion of Dr. Urban, therefore, another method of concentrating hydrogenation residues, particularly letdown, was tried out. Letdown, which had been heated to 15 mV in the preheater, was injected into a carbonization kiln at a temperature of 23 mV = 435° C. At those temperatures no appreciable cracking takes place yet, while the oil constituents boiling to 435° C distill off. The residence time of the product in the kiln is about 1/2 hour. A second discharge device is attached to the kiln proper, as compared to the normal carbonization kiln, in the form of an overflow trap, so that the hot liquid topping residues can run off. We succeeded, on the one hand, to obtain a greater thruput. On the other hand, more oil could be topped off. The thruput we obtained, of about 4t letdown per hour, can very likely be further increased, if the temperature is correspondingly changed. If, for example, a letdown with 25% solids is concentrated to 50% solids, 1/2 ton of topping oil is obtained from one ton of letdown. This corresponds to an oil yield of 66-2/3%, based on the original amount of oil and asphalt.

The kiln runs quite satisfactorily and trouble-free with this operating method. Since there is a demand for the topping residue obtained, and this operating method also relieves the residue processing to a certain extent, this process appears entirely profitable. Furthermore, by taking out a certain amount of solids and asphalt from the hydrogenation circuit, the greater recycle of these substances, such as would occur in subsequent centrifuging, for example, can be partly nullified. The entire residue processing would thereby be put on a more profitable basis.

The combination of centrifuging and topping is of particular importance, if letdowns with specially high asphalt contents must be processed, as is the case in the production of fuel oils, for example.

An attempt is also to be made on an operating basis to find out how much the centrifuge residues can be topped and what oil yields can be expected. Since with the present carbonization method an oil yield of only about 75% is obtained, this new method also promises success, if, for example, the topped centrifuge residue can be suitably utilized.

II. - Report on the Investigation of Two Samples of Topped Residue and Topped Letdown from Scholven

Main Laboratory Mathias Stinner
By Hoffman, Essen, 17 July 1941

The present necessity to save bituminous coal tar pitch in briquetting in order to use it for other purposes, led us to seek substitutes for tar pitch. Hydro-Works Scholven put 2 samples of hydrogenation residues at our disposal for the solution of this problem. We were to investigate the composition of these materials and their properties as briquette binders.

Analytical Data

Table I

		Topped Residue	Topped Letdown
Softening Point,	°C	96	104
Ash	%	11.37	10.32
Volatile Constituents,	%	47.99	47.22
Solids	%	39.80	36.40
CS ₂ - Solubles	%	54.70	59.50

610b

As seen from the above table, both materials are very similar in composition. The softening points are in the neighborhood of 100° C, which is a drawback for briquetting. The ash content of 10 to 11% is still bearable, since with small additions the ash content of the briquettes is only slightly increased. The solids, i.e. the constituents insoluble in tetralin-cresol (80:20), have no binding properties. With a constituent of nearly 40% solids, it is to be expected that the binding power of the products is much less than for bituminous coal tar pitch. The same conclusions may be drawn from the CS₂-insoluble constituents of 55 to 60%.

Determination of Binding Power

Even though these analytical data do not give us a particularly favorable picture, these characteristics are not enough to pass a safe judgment on the suitability of the products as binders for briquetting. For this purpose we use the determination of the binding power, a briquetting method developed by Broche and Nedelmann from practical operations. A kneading machine, in which the mixing and heating is done, is used for making the briquette mixture of coal and pitch. The finished mixture is poured into molds and formed into briquettes by a hydraulic press.

The conditions of the experiments are based on coal particles below 3 mm and pitch particles below 0.5 mm, a mixing time of 10 minutes @ 115° C, and a pressure of 225 kg/cm² at a press forming temperature of 135° C. These standard conditions, determined for tar pitch, were used in a similar manner in the testing of the hydrogenation residues.

The test briquettes so produced are tested for bending strength and the value thus obtained expressed in kg/cm², is the criterion for the binding power of the pitch.

Strength of Briquettes made from Hydrogenation Residues in the Experimental Apparatus

Table 2

% Binder	6.5 %	7.0 %	8.0 %	9.0 %	10.0 %
Topped Residue, kg/cm ²	6.7	7.2	8.4	11.2	14.0
Topped Letdown, kg/cm ²	6.0	6.5	8.0	10.1	12.3

In order to judge the figures in the above table, it is necessary to know the strengths obtainable with tar pitch.

Strength of Briquettes made from Mathias Stinnes Tar Pitch in Experimental Apparatus

Table 3

Tar Pitch Addition, %	3.5	4.0	5.0	6.0	6.50	7.0
Strength (Bending), kg/cm ²	7.0	8.7	13.3	17.0	19.0	21.4

In comparing these 2 tables, it may be seen that the hydrogenation residues are only half as strong as tar pitch in the range between 6.5 and 10% content, based on the briquette mixture. Consequently, these residues can hardly be used in their original form as briquette binder, for economic reasons.

610c

Properties of Mixtures of Hydrogenation Residues
and Tar Pitch

The samples in question have this defect, that their softening point is too high for the briquetting process. The clearly observable advantage of the topped residue over the topped lotdown is partly based on the fact that the former has a softening point of 96°C , while the latter reaches the same degree of viscosity only at 104°C . At the experimental conditions of the laboratory apparatus, which, with reference to the softening point, are very favorable, the difference of 8°C is clearly expressed in the melting property.

Tar pitch, as normally used for briquetting, has a softening point of about 70°C . It was, therefore, to be expected that molten mixtures of tar pitch and hydrogenation residues would behave better than the original samples without tar pitch, for this reason alone. The mixture proportion was always taken as equal parts of tar pitch and hydrogenation residue. The results obtained with the same apparatus and under the same test conditions are shown in Table 4.

Strength of Briquettes made from Molten
Mixtures of Tar Pitch and Hydrogenation Residue
in the Proportion of 1:1. (kg/cm^2)

Table 4.

% Addition	6.5	7.0	8.0	9.0	10.0
Topped Residue & Tar Pitch, (1:1) Softening Point: 79°C	13.6	14.3	16.4	19.4	21.9
Topped Lotdown & Tar Pitch, (1:1) Softening Point: 81.5°C	12.1	12.4	14.6		

The figures in Table 4 show the following:

With an 8% binder mixture, consisting of 4% tar pitch and 4% topped residue, we get an index of 16.4. As seen from Table 3, 4% tar pitch alone gives a strength of only 8.7. The residual 4% topped residue, therefore, gives a strength of $7.7\text{ kg}/\text{cm}^2$, i.e. the hydrogenation constituent enters the mixture at roughly 90% of the binding power of the tar pitch.

If, on the other hand, we ask ourselves what quantity of tar pitch must we use to obtain a strength of 16.4 obtained in the 8% mixture, we can see from Table 3 that less than 6% is required. In this calculation, therefore, 2% tar pitch corresponds to 4% topped residue, or, in other words, the topped residue has only half the binding power of pure tar pitch.

The different conclusions, depending upon the method of reasoning, can be explained by the fact that the relations between the amount of tar pitch and strength of briquettes can not be represented by a straight line passing thru the point of intersection of the coordinate axes in a graphical representation. This is clearly seen in Table 3. While 7% tar pitch gives a strength of $21.4\text{ kg}/\text{cm}^2$, only 1/3 the strength, or $7.0\text{ kg}/\text{cm}^2$ is obtained with 1/2 or 3.5%, the amount of pitch.

With the necessity to save tar pitch and the assumption that only 4% tar pitch may be used, the briquette quality can be advantageously improved by adding an equal amount of hydrogenation residue. The determining factor is this, that 8% of a mixture of equal parts of tar pitch and hydrogenation product can be better distributed in the coal than 4% tar pitch alone. With this interpretation the binding power of the tar pitch will be more efficiently utilized by the addition of topped residue and the topped product will serve only as a diluting agent. Whether internal transformations to compounds of greater binding power also take place in the molten mixtures of tar pitch and hydrogenation product remains to be seen, since it can not be directly proved.

In summary it may be said that hydrogenation residues can be satisfactorily used as briquette binder only when mixed with tar pitch. Tar pitch can be saved in this way. Nothing can be said about the economy of the process at the moment, because no data is available on the cost development of the topped residues.

Conclusion

To utilize the conclusions of the report at hand, I should like to suggest that in the large scale experiment proposed at the briquetting plant of the Alsteden-Oberhausen mine we use a binder of 8% of a homogeneous mixture of equal parts of tar pitch and topped residue produced by melting. It must be ground to a grain size below 1 mm, in accordance with the general rule.

/fkp

6102

Not immediate

L174-107

T-368

Hochdruckversuche im 906.
Dre. 183/8.

Ludwigshafen/Rh., den 9. November 1942.

Projekt für die Verarbeitung von Hydrierückständen
auf Brikettiermittel, insbesondere zur Herstellung
von Para-Schmelzkoks in dem Hydrierwerk Pöhlitz.

Zusammenfassung.

Es wurden die verschiedenen Wege zur Verarbeitung des Hydrierückstandes auf Brikettiermittel, insbesondere zur Herstellung von geformtem Schmelzkoks aufgeführt und die sich hierbei ergebenden Erzeugnisse zusammengestellt. Die gewinnbare Koksmenge kann durch verschiedene Mittel stark verändert werden und zwar durch Erhöhung oder Erniedrigung des Erweichungspunktes des Topfdruckstandes und dann durch Verwendung des Abschlamms oder Schleuderrückstandes oder Gemischen derselben als Ausgangsmaterial für die Herstellung von Brikettiermittel. Durch die teilweise Abgabe des Brikettiermittels an fremde Betriebe und durch teilweise Verarbeitung im eigenen Betrieb kann die Übilanz vollkommen ausgeglichen werden.

Die Anlagekosten wurden angegeben und die Erzeugungskosten des Schmelzkokes auf ISO-Grundlage wurden zu 26,00 RM. gegenüber dem Kokspreis von 29,40 bis 31,00 RM. in Pöhlitz errechnet. Die Verbilligung der Kosten in Schleuderei und Rückstandsschweberei ist hierbei nicht berücksichtigt.

Sowohl aus Hydrierabschlamm als auch aus Schleuderrückstand kann durch Abtoppen der Öle bis zu einem Erweichungspunkt des Rückstandes auf etwa 70 bis 90 °C ein Brikettiermittel gewonnen werden, dessen Bindekraft mit steigendem Asphaltgehalt ebenfalls zunimmt. Demnach können auf diesen Wege asphaltreiche Hydrierrückstände besonders gut aufgearbeitet werden, wodurch die Möglichkeit zur Einhaltung erleichtertester Bedingungen in der Hydrierung gegeben ist.

Bei der Herstellung von Brikettiermitteln kann von zwei Hydrierprodukten ausgegangen werden, nämlich von Hydrierabschlamm oder von Schleuderrückstand. Bei der Verwertung des Brikettiermittels können zwei Wege beschrrieben werden:

- 1). Abgabe des Brikettiermittels an fremde Betriebe,
- 2). Verarbeitung des Brikettiermittels im eigenen Betrieb zur Herstellung von Formkoks für die Wassergaserzeugung.

Unter Umständen kann es zweckmäßiger sein, die beiden Verwertungsmöglichkeiten nebeneinander vorzusuchen. Für die praktische Ausführung des Verfahrens kommen - ausgehend von den Hydrierückständen - folgende Arbeitsweisen:

2080M

611

für die Brikettiermittelherstellung in Frage :

I. Der Abschlaß einer Kammer wird getoppt, wobei

- a). Brikettiermittel mit einem Erweichungspunkt von 70 °C und
- b). Brikettiermittel mit einem Erweichungspunkt von 90 °C hergestellt werden kann.

Auf diese Weise könnte die größtmögliche Menge an Brikettiermittel hergestellt werden, wobei das Produkt mit einem Erweichungspunkt von 70 °C vorzugsweise für die Abgabe an fremde Betriebe für Brikettierzwecke bestimmt wäre, und das Produkt mit einem Erweichungspunkt von 90 °C hauptsächlich im eigenen Betrieb zur Herstellung von Schmelzbrikette Verwendung finden könnte. Das Verfahren

läßt sich aber in der Hydrierung nur durchführen, wenn von den übrigen Kammern oder aus der Schwelerei eine genügende Menge Anreiböl zur Verfügung steht.

II. Abschluß einer Kammer wird zur Hälfte durch Toppen auf Brikettiermasse verarbeitet, während die restliche Hälfte zur Herstellung des Anreiböles benutzt wird. Hierbei können wieder die beiden Fälle :

- a). Herstellung von Brikettiermittel mit einem Erweichungspunkt von 70 °C,
 - b). Herstellung von Brikettiermittel mit einem Erweichungspunkt von 90 °C
- unter dem Gesichtspunkt der für die Brikettierung gewünschten Menge an Brikettiermittel gesondert berücksichtigt werden. Bei der Verwendung der Hälfte des Abschlaßmasse als Brikettiermittel kann die andere Hälfte unter Zusatz von Abstreiferschwefel und Schwefel bezw. Schwelteeer, die notwendige Menge Anreiböl etwa der gleichen Zusammensetzung wie das bei der Schleuderung gewonnene Öl hergestellt werden. Nach dieser Arbeitsweise kann demnach die notwendige Anreibölmenge unter Benutzung des Hydrierabschlaßes auch ohne Schleuderung sichergestellt werden, sofern das Brikettiermittel ganz oder in einem solchen Teil im eigenen Betrieb zur Schmelzkohsherstellung benutzt wird, daß der hierbei anfallende Schwelteeer zur Ergänzung der Anreibölmenge ausreicht.

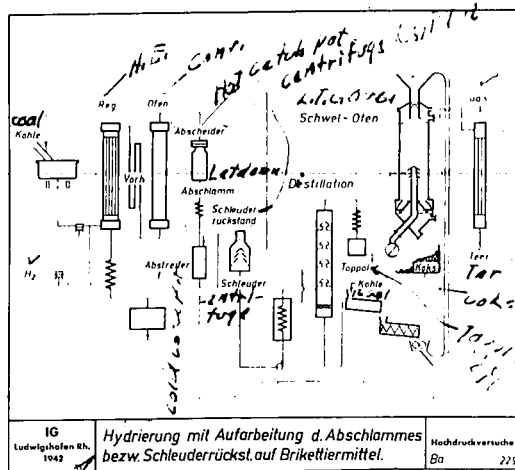
III. Abschluß wird in der normalen Weise geschleudert, und der Schleuderrückstand wird durch Toppen auf Brikettiermittel verarbeitet :

- a). mit einem Erweichungspunkt von 70 °C,
- b). mit einem Erweichungspunkt von 90 °C.

Der getoppte Schleuderrückstand eignet sich als Brikettiermittel zur Abgabe an fremde Betriebe kaum an und wird zweckmäßig nur zur Herstellung von Schmelzbrikette im eigenen Betrieb verarbeitet. Bei der Schleuderung wird das häufigste Anreiböl zurückgewonnen, das durch den bei der Schwelung anfallenden Teer ergänzt werden kann.

Wenn die Bindemittel für ansfremde Brikettierungszwecke eingesetzt

werden, so geht der Hydrierung das aus diesen gewinnbare Öl verloren. Vom Standpunkt einer größtmöglichen Ölzerzeugung aus scheint es deshalb günstiger, wenn die getropften Hydrierrückstände für die Brikettierung von Kohle für die Schwelkokszerzeugung benutzt werden, da hierbei der Rückstand in Form des Brikettiermittels wertvolle Arbeit bei der Koksbildung leistet und gleichzeitig eine Gewinnung des Schwelöles erfolgt, das zusammen mit dem Schwelteser aus der Kohle der Hydrierung zugeführt werden kann. An Hand der nachstehenden Abbildung soll diese Arbeitsweise kurz beschrieben werden :



T-361
FIG. 1.

Hydrogenation with processing of the Letdown or Centrifuge Residue to Briquette Binder.

Die Hydrierung wird in der normalen Weise durchgeführt, wobei im Heißabscheider der Hydrierabschlamm abgezogen und entweder direkt getroppt wird oder nach Verdünnung mit Schleuderrückstand in einer Schleuder in Schleuderrückstand und Schleuderrückstand getrennt wird. Das Schleuderrückstand dient zur Anreibung neuer Kohle, während der Schleuderrückstand bzw. Abschlamm in einer Kolonne oder Kugelofen bis auf einen Erweichungspunkt des Rückstandes von etwa 70 bis 90 °C abgetroppt wird. Das Toppöl wird dem Abstreiferprodukt zugesetzt und dieses wird in der bekannten Weise in Mittelöl und Schweröl zerlegt. Der getroppte Schleuderrückstand bzw. Abschlamm dient als Brikettiermittel zur Herstellung von Schwelbriketts, die in der Schwelerei auf Schwelkoks und Teer verarbeitet werden. Der Koks dient zur Herstellung des Wassergases für die Hydrierung; der Teer wird entweder dem Anreiböl oder dem Abstreiferprodukt zugesetzt und wird hier in der Sumpphase oder Gasphase weiterverarbeitet. Die Toppung des Schleuderrückstandes kann in gewissen Grenzen geändert werden, und zwar wird der Erweichungspunkt des Brikettiermittels bei etwa 70 °C gewählt, wenn die zu erzeugende Koks menge möglichst groß sein soll, während bei einer geringeren Koks-

menge der Erweichungspunkt auf 90 °C gesättigt wird. Bei einem Erweichungspunkt von 70 °C werden etwa 7 bis 8 % dieses Bindemittel für die Brikettierung benötigt, während der Zusatz bei einem Erweichungspunkt von 90 °C etwa 14 % beträgt. Durch die Einstellung des entsprechenden Erweichungspunktes hat man also die Möglichkeit zur Änderung der Herstellungsmenge in der Hand.

Die bei den oben beschriebenen 3 Fahrweisen in einer Kammer umzusetzenden Materialmengen sind in der beifolgenden Zahlentafel (siehe nächste Seite) zusammengestellt, wobei folgende Voraussetzungen gemacht wurden :

Kammordurchsatz 37,5 to Kohlebrei, wovon 30,4 to Dickbrei und 7,1 to Anreibesl sind.

Die Kohlenmenge beläuft sich auf 14,9 to (trocken) oder 15,7 to Reinkohle.

Es entstehen 18,7 to Abschlamm, der mit 12,7 to Verdünnungesl 31,4 to Schleudergemisch ergibt, woraus 23,4 to Schleudersl und 8 to Schleuderrückstand gewonnen werden.

Folgende spezifische Zahlen wurden der Zusammenstellung zugrundegelegt : Für 13,7 to Reinkohle werden folgende Zahlen eingesetzt bei Verarbeitung auf :

		Autobenzin (ohne C ₁ -C ₄)	Fliegerbenzin (ohne C ₁ - C ₄)
1 to Reinkohle		60 %	55 %
Erzeugung pro Kammer	to/Std.	8,23	7,54
H ₂ -Verbrauch <i>pro Kammer</i>	m ³ /to	2750	3200
H ₂ -Verbrauch pro Kammer	m ³ /Std.	22 700	24 100
Wassergas (CO + H ₂ = 100)	m ³ /Std.	24 600	26 200
Koksverbrauch (0,85 kg/m ³)	to/Std.	20,9	22,3.

Zahlentafel I

Aus der Zusammenstellung läßt sich erkennen, daß einerseits das in Rückstand erhaltene Öl zusammen mit dem Schwelteer gewonnen wird, und daß andererseits über die normale Erzeugung ein beträchtlicher Überschuß an Ölen und Schwelteer entsteht. Weiter ist zu entnehmen, daß die gewinnbare Schwelkoks menge nach den 3 verschiedenen Arbeitsweisen zwischen 130 to und 30 to schwankt und zwischen diesen beiden extremen Werten jede beliebige Menge an Koks erzeugt werden kann. Diese kann wunschgemäß durch eine Veränderung der Einstellung des Erweichungspunktes des Bindemittels einerseits und ausgehend von dem Abschlamm oder Schleuderrückstand für die Herstellung des Brikettiermittels andererseits bestimmt werden; darüber hinaus kann durch Verwendung von Gemischen von Abschlamm und von Schleuderrückstand die zu erzeugende Koks menge noch weiter beliebig in diesem Spielraum von 30 und 130 to geändert werden. Neben dem Koks anfall und der Mehrerzeugung an Teer und Öl entsteht gleichzeitig eine beträcht-

Zahlentafel 1.

Erikottiermittelherstellung aus Abschlaam bzw. Hydratrickstand und Verarbeitung desselben in eigenen Betrieb.

Angaben beziehen sich auf die Fahrweise, Leistung einer Kanne + Stunde	I			II			III		
	a	b	a	a	b	a	a	b	
<u>A. Verarbeitung des Erikottiermittels im eigenen Betrieb.</u>									
Erweichungspunkt des Ausgangsmat. °C	18,7	18,7	18,7	18,7	18,7	17,0	17,0	17,0	
Erweichungspunkt des Erikottiermittels °C	70,9	90,0	90,0	70,0	90,0	70,0	70,0	80,0	
	t/h	t/h	%	t/h	t/h	%	t/h	%	
Toppölanfall	3,3	4,6	24,5	1,65	2,3	8,8	1,8	2,2	
Brikettformittelanfall	15,4	14,1	75,5	7,7	7,05	41,2	6,2	5,8	
Verbrauch an Erikottiermittel %	8,0	10 - 14		8,0	10 - 14		9,0	12 - 14	
Kohlenmenge trocken to	178,0	127 - 86		89,0	63,5 - 43		63,0	42 - 36	
Kohlenmenge (10 % H ₂ O) to	198,0	141 - 96		99,0	70,5 - 48		70,0	47 - 40	
Erzeugte Brikettmenge to	193,0	141 - 100		96,5	70,5 - 50		69,0	48 - 42	
Grobkoksanfall (68 %) to	131,0	96 - 68		65,5	48 - 34		47,0	33 - 29	
Überschmigas d. Schwelung m ³ /1000WE to	108 000	79 - 54 000		54 000	395 000 - 28 000		38 600	27 - 22 400	
Schweltee + Bi-Anfall 10 % to	19,3	14,1 - 10		9,65	7,05 - 5,0		6,9	4,8 - 4,2	
Toppöl-Anfall to	3,3	4,6		1,65	2,3		1,8	2,2	
Toppöl + Schweltee to	22,6	18,7 - 14,6		11,3	9,35 - 7,3		8,7	7,0 - 6,4	
Schwelöl aus Erik.-Mittel to	8,4	6,4		4,2	3,2		2,4	2,3	
Mehrerzeugung an Teer bzw. Öl to	10,9	7,7 - 3,6		5,45	3,85 - 1,8		4,5	2,5 - 1,9	
<u>B. Abgabe des Erikottiermittels an fremde Betriebe.</u>									
Verkaufte an Schwelöl im Erikottiermittel to	8,4	6,4		4,2	3,2		2,4	2,3	

liche Menge an Überschussgas. Für die in einer Kammer zu verarbeitende Wasserstoffmenge sind 21 bzw. 22,4 to/Std. Koks erforderlich, so daß je nach der Fahrweise von I bis III 110 bis 6,5 to Koks über die in einer Kammer benötigte Menge hinaus erzeugt wird. Die wichtigsten Erzeugungszahlen sind in der Zahlentafel 2 zusammengestellt.

Zahlentafel 2.

Die Produkte bei der Herstellung von Schwel-Formkoks unter Verwendung von Brikettiermittel aus Abschlamme bzw. Schleuderrückstand.

Fahrweise (Angaben pro Kammer + Stunde. a)	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
⊙ Rohkohle (10 % H ₂ O) to	198	141 - 96	99	70,5 - 48	70	47 - 40
Grobkoks to	131	96 - 68	65,5	48 - 34	47	33 - 29
Überschuß an Teer+Öl gegen normale Arbeitsweise to	10,9	7,7-3,6	5,45	3,85-1,8	4,5	2,5-1,9
Überschuß-Schwelgas m ³ /1000WE	108 000	79-54000	54 000	39500-28000	38 600	27-22400
Verbrauch an Koks für 1 Kammer :						
bei Autobenzin to	21	21	21	21	21	21
bei Fliegerbenzin to	22,5	22,5	22,5	22,5	22,5	22,5
Koksüberschuß bei :						
Autobenzin to	110	75 - 47	44,5	27 - 13	26	12 - 8
Fliegerbenzin to	108,5	73,5-45,5	43	25,5-11,5	24,5	10,5-6,5

Die obigen Berechnungen sind unter der Voraussetzung durchgeführt, daß die Brikettiermittel im eigenen Betrieb zur Herstellung von Schwel-Formkoks benutzt werden. Soll nunmehr Brikettiermittel an fremde Betriebe abgegeben werden, so geht das in dem Brikettiermittel enthaltene und durch Schwelung gewinnbare Öl verloren. Dieser Ölverlust kann für 1 to Brikettiermittel aus Abschlamme und einem Erweichungspunkt von 70 °C mit 544 kg, mit einem Erweichungspunkt von 90 °C mit 450 kg, und Schleuderrückstand mit einem Erweichungspunkt von 70 °C mit 400 kg angenommen werden, wenn das Brikettiermittel an fremde Betriebe abgegeben wird.

Da aber bei der Verwendung des Brikettiermittels im eigenen Betrieb ein Überschuß an Teer bzw. Öl entsteht, könnte auch eine gemischte Arbeitsweise in Betracht kommen, wobei der Ölverlust bei Abgabe des Brikettiermittels an

Fremdbetriebe durch den Ölüberschuß bei eigener Verarbeitung ausgeglichen wird. Dieses Verhältnis zwischen eigener Verarbeitung und Abgabe an fremde Betriebe wurde berechnet und in der Zahlentafel 3 zusammengestellt.

Zahlentafel 3.

Die Brikettiermittelherstellung aus Hydrierrückständen unter vollständigem Ausgleich der Ölbilanz der Hydrierung durch teilweise Abgabe des Bindemittels an fremde Betriebe und teilweise Verarbeitung im eigenen Betriebe.

Bezogen auf 1 to Brikettiermittel. Fahrweise	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
A. Brikettiermittelverbrauch im eigenen Betrieb.						
Bindemittelverbrauch %	8	10 - 14	8	10 - 14	9	12 - 14
Brikett to	12,5	10 - 7,1	12,5	10 - 7,5	11,1	8,3 - 7,1
Teergewinn to	1,25	1,0-0,71	1,25	1,0-0,75	1,11	0,83-0,71
B. Brikettiermittelverbrauch im fremden Betrieb.						
Schweißverlust to	0,544	0,45	0,544	0,45	0,40	0,4
Auf 1 to Brik.-Mittel eigener Verarbeitung können an fremde Betriebe abgegeben werden to	2,3	2,2-1,6	2,3	2,2-1,6	2,75	2,1-1,6
Bezogen auf die Verarbeitung der Rückstände einer Kammer :						
Anschlammfall to/Std.	18,7	18,7	9,4	9,4	8,0	8,0
Gesamtbrikettiermittel to	15,4	14,1	7,7	7,05	6,2	5,8
Davon können ohne Ölverlust der Hydrierung abgegeben werden für die Verarbeitung						
1). An Fremdbetriebe to	10,7	9,8-8,7	5,4	4,95-4,35	4,55	3,9-3,7
2). In eigene Verarbeitg to	4,7	4,3-5,4	2,3	2,1-2,7	1,65	1,9-2,1
Es werden gewonnen :						
Brikett to	58,6	43-38,4	28,8	21-19,2	18,3	15,7-15
Teer to	5,9	4,3-3,8	2,9	2,1-1,9	1,8	1,6-1,5
Grobkoks to	40	29 - 26	19,5	14 - 13	12,5	10,7-10,2
Kohleeinsatz trocken to	53,9	39,7-33	26,5	20-16,5	16,7	13,8-12,9
Kohle (10 % H ₂ O) to	60	44-36,6	29,5	22-18,4	18,6	15,4-14,3
Überschußgas m ³ /1000WE	33000	24-21500	16000	11300-10800	10300	8800-8400

Hierauf können nach den Fahrweisen I bis III 40 bis 10 t Kohle hergestellt werden, so daß hierdurch eine weitere Möglichkeit gegeben ist, die Höhe der Koksproduktion nach den vorliegenden Verhältnissen beliebig einzustellen. Als günstigste Arbeitsweisen sind die Fahrweisen Ib bzw. IIIa anzusehen, wobei aus der Koksproduktion der Wasserstoffbedarf einer Kammer für Autobenzin oder Fliegerbenzin gedeckt werden kann.

Die Anlagekosten für die kombinierte Rückstandsaufarbeitung mit der Schwelkoks-
erzeugung.

Die nach den verschiedenen Fahrweisen I bis III und Fälle A und B jährlich in der Schwelerei durchzusetzenden Brikettmengen wurden errechnet und in den Zahlentafeln 4 und 5 zusammengestellt. Weiter wurden die Anlagekosten für eine Spülgasschwelerei nach Lurgi nach deren Angebotspreisen, sowie eine Brikettierung nach den Angebotspreisen der Firma Schüchtermann & Kremer-Baum A.G. ermittelt, wobei in den Anlagekosten neben der vollständigen Errichtung der Anlage noch folgende Zuschläge enthalten sind :

Reserveteile	3 %
Unvorhergesehenes	5 %
Bauzinsen	5 %

Anfahr- und Siedlungskosten 1,1 Rm. je tate Briketts.

Weiter ist die Jahreserzeugung an Grobkoks und Teer in der Zusammenstellung enthalten.

Zahlentafel 4.

Fall A : Verarbeitung des Brikettiermittels im eigenen Betrieb.

Fahrweise	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
Brikettmenge/Jahr	to 1 575 000	1150-816 000	787000	575-408000	563 000	392-342500
Anlagekosten für Schwelerei (22.-Rm./tate) Mill. Rm.	31,5	25,3-17,95	17,3	12,65-9,0	12,4	8,6-7,55
Brikettiermittel (3,6 Rm./tate) Mill. Rm.	4,7	4,1-2,94	2,8	2,1-1,47	2,0	1,4-1,2
Gesamtanlagekosten Mill. Rm.	36,2	29,4-20,89	20,1	14,75-10,47	14,4	10,0-8,73
Grobkoksmenge/Jahr	to 1 070 000	782-555 000	535 000	492-277000	383 000	266-235000
Teermenge/Jahr	to 157 500	115-81600	78 700	57500-40800	56 300	39200-34250
Koksverbrauch für Leistung einer Kammer/Jahr bei Autobenzin	to 71 000					
bei Fliegerbenzin	to 76 500					

Zahlentafel 5.

Fall B : Verarbeitung des Brikettmittels mit ausgeglichener Übilanz.

Fahrweise	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
Brikettmenge/Jahr	te 478 000	352-313 000	235 000	171-156 000	149 000	128-122 500
Anlagekosten :						
Schweizerofen	Mill. RM. 20,5	7,7-6,9	5,17	3,76-3,43	3,28	2,8 - 2,7
Brikettierung	" 1,72	1,26-1,12	0,85	0,61-0,56	0,54	0,46-0,44
Gesamtkosten	" 12,22	8,96-8,02	6,02	4,37-3,99	3,82	3,26-3,14
Gasokoks/Jahr	te 325 000	248-212 000	159 000	115-106 000	101 000	87-83 200
Tonnmenge/Jahr	te 47 800	35 100-31 300	23 500	17 100-15 600	14 900	12 800-12 250
Koksverbrauch für Leistung einer Kammer						
Autobenzin	te 71 000					
Fliegerbenzin	te 76 500					

Für die Erzeugungskosten des Schmelzkokes wurden folgende Zahlen zugrundegelegt :

		Spülgasschwelung nach Lurgi	Brikettierung nach Schüchtermann	Gesamt- verbräuche
Energien etc. pro Tonne Briketts :				
Strom	kWh	17	13	30
Dampf 2 - 12 atü	te	0,09	0,035	0,125
Frischwasser	m ³	3,4	"	3,4
Rückkühlwasser	m ³	13,3	"	13,3
Wärmeverbrauch	WE	320 000	"	320 000
Trockenkohle	te	-	0,02	0,02
Leutebedarf	Mann	0,07	0,021	0,091
Eisenbedarf kg/Jahrestonne		15,0	2,5	17,5
Kapitalkosten nach 18%, %		21,95	21,95	21,95
Gesamte Betriebskapitalkosten ohne Material, ohne Gutschriften				
pro te Briketts	RM.	8,83	2,30	11,13

Erlös aus 1 t Briketts ohne Brikettiermittel (90 %) :

Heizöl	to 120,00	5,93 %	6,40 Rm.
Peoh	to 45,00	3,81 %	1,54 Rm.
Benzin	to 200,00	0,89 %	1,60 Rm.

Überschußgas m³/1000 WE & 0,004 " 1,94 Rm.

Schwelkoks 0 - 5 mm to 15,00 1,44 % " 0,21 Rm.

5 - 20 mm to 20,00 4,315 % " 0,27 Rm.

Erlös aus 1 t Brikett ohne Koks 12,66 Rm.

Betriebskosten 11,13 Rm.

Überschuß pro t 1,53 Rm.

Schwelkohlepreis einschl. Fracht + 10 % H₂O 13,80 Rm.

1 t Kohle trocken in 1 t Brikett (incl. Fracht) 19,20 Rm.

Kokspreis in Pöhlitz 29,40 bis 31,00 Rm.

Unter Zugrundelegung dieser Verbräuche und Preise errechnet sich der Kokspreis auf

$$\frac{19,20 - 1,53}{0,68} = 26,00 \text{ Rm. pro t. Grobkoks.}$$

Der Kokspreis beträgt in Pöhlitz 29,40 bis 31,00 Rm. pro Tonne Koks. Bei den Fahrweisen I bis III fällt die Schwelung²⁾ des Schleuderrückstandes²⁾ und bei Fahrweise I und II die Schleuderei weg; die Kosten für die Aufarbeitung der Rückstände sind in dem Kokspreis enthalten. Außerdem werden pro Tonne durch gesetzter Brikett 540 000 WE Überschußgas gewonnen, wodurch rund 110 kg Kohle für die Heizgasherstellung eingespart werden.

Die Untersuchungsergebnisse mit dem Brikettiermittel aus dem Abschläm und dem Schleuderrückstand der Hydrierung Pöhlitz sind in der Anlage beigelegt.

²⁾ Dafür wird der Abschläm bzw. Schleuderrückstand in Kugellofen getropft.

Zahlentafel 6.

Untersuchung der Hydrirückstände von Pölitz auf ihre Brauchbarkeit als Briкетiermittel.

Bezeichnung	Erweichungs- punkt (Kräse) °C	Ausbeute an Briкет- tier- mittel %	Ausbeute an Topp- öl %	Zusammensetzung der Hydrirückstände		Asphalt im Benzol- löslichen %	Briкет- tier- mittel verbrauch %	Schwefelkoh- beschaffen- heit
				Fest- stoff %	Asche im Benzol- löslichen %			
Original-Abschlamm	18,7	-	-	30,0	50,5	70,0	19,4	-
Getoppter Abschlamm	70,0	82,4	17,6	32,2	48,8	67,8	26,9	10,0
Getoppter Abschlamm	90,0	75,5	24,5	34,9	44,0	65,1	42,6	10 - 14 sehr gut
Original-Schleuderrückstand	17,0	-	-	37,8	62,7	62,2	10,2	-
Getoppter Schleuderrückstand	70,0	78,0	22,0	53,1	59,1	46,9	20,7	7 - 8 schlecht
Getoppter Schleuderrückstand	80,0	75,0	27,0	60,3	54,7	39,7	22,5	12 - 15 mittel

KCBraun
5-19-47

Briquette Binder from Hydrogenation Residue
By Dr. Bahr, Ludwigshafen, 9 November 1942
(See also T-360 & T-330)

SYNOPSIS

The various ways for processing hydrogenation residues to briquette binder, particularly for making low temperature carbonization (L.T.C.) coke briquettes were indicated and the results obtained therewith compiled. The recoverable quantity of coke can be radically influenced by various means, such as raising or lowering the softening point of the topping residue and the use of the letdown or centrifuge residues, or mixtures of the same, for making briquette binder. By partial disposal of the binder to outside interests and partial processing in the home plant, the oil balance can be completely equalized.

The plant costs were given and the production cost of L.T.C. coke was taken as RM.26.00, compared to a coke price of RM.29.40 to RM. 31.00 in Politz. No attention was paid to the reduction of costs in centrifuging and residue carbonization (L.T.C.).

By topping the oils to a softening point of the residue of about 70 to 90° C, briquette binders with increasing binding power with rising asphalt content can be recovered from hydrogenation letdown, as well as from centrifuge residue. Accordingly, hydrogenation residues rich in asphalts can be utilized particularly well in this way, which offers the possibility of maintaining alleviating conditions in hydrogenation.

In the production of briquette binder, we can start from 2 hydrogenation products, letdown or centrifuge residue. Briquette binders may be utilized in 2 ways:

- 1) Sale of the binder to outside interests,
- 2) Using the binder in the home plant for making coke briquettes for water gas production.

Under certain conditions it may be more appropriate to try both methods together. In practice, starting from hydrogenation residues, the following methods for producing briquette binder may be considered:

I. - The letdown from a still is topped, whereby

- a) briquette binder with a softening point of 70° C, and
- b) briquette binder with a softening point of 90° C -

can be produced.

The largest possible quantity of briquette binder could be produced in this manner, whereby the product with a softening point of 70° C would

621a

preferably be intended for sale to outside interests and the product with a softening point of 90° C. could be used mainly in the home plant for making L.T.C. coke briquettes. But the process is feasible only if a sufficient quantity of pasting oil is available from the other stalls or from L.T.C.

II. - Half the letdown from a stall is topped for processing to briquette binder, while the other half is used for making pasting oil. Here, again, the above 2 cases may be considered separately from the point of view of the amount of binder desired for briquetting:

- a) making briquette binder with a softening point of 70° C, and
- b) making briquette binder with a softening point of 90° C.

When using half the letdown as briquette binder, the other half, with the addition of cold catch pot heavy oil and L.T.C. oil or L.T.C. tar, can be used for making the necessary pasting oil of about the same composition as the oil recovered in centrifuging. With this operating method the necessary pasting oil supply can be assured, even without centrifuging, by using the hydrogenation letdown, if the briquette binder is used for making L.T.C. coke in the home plant entirely or to such an extent that the L.T.C. tar obtained thereby will suffice to supplement the pasting oil.

III. - Letdown is centrifuged in the normal manner and the centrifuge residue is processed to briquette binder by topping:

- a) with a softening point of 70° C, and
- b) with a softening point of 90° C.

The topped centrifuge residue is hardly fit for sale to outside interests for briquette binder and is properly used only for making L.T.C. briquettes in the home plant. The necessary pasting oil is recovered in centrifuging, supplemented by the tar obtained in L.T.C.

If the binder is sold to outside interests, the oil recoverable from it is lost to hydrogenation. From the standpoint of the largest possible oil production, therefore, it appears advantageous to use the topped hydrogenation residues for coal briquetting for the production of L.T.C. coke, because the residue hereby performs valuable work in the formation of coke in the form of a briquette binder. At the same time the L.T.C. oil is recovered, which can be supplied to hydrogenation, together with the L.T.C. tar from the coal. With the aid of Fig. 1, this process is described as follows:

Hydrogenation is conducted in the normal manner, whereby the letdown is drawn off the hot catch pot and is either topped directly or is separated in a centrifuge into centrifuge oil and residue after diluting with centrifuge oil. The centrifuge oil is used for pasting new coal while the centrifuge residue or the letdown is topped in a column or ball kiln (Kugelofen) to a softening point of the residue of about 70 to 90° C. The topping oil is added to the cold catch pot product and this is decomposed into middle oil and heavy oil in the normal way. The topped centrifuge residue or letdown is used as briquette binder for making L.T.C. briquettes, which are processed to L.T.C. coke and tar in carbonization. The coke is used for the production

of water gas for hydrogenation, while the tar is added either to the pasting oil or the cold catch pot product and is further processed in the liquid or vapor phase. Topping the centrifuge residue can be varied within certain limits, i.e. a softening point of about 70° C is selected for the briquette binder, if the quantity of coke to be produced is to be as large as possible, while with a lesser quantity of coke the softening point is raised to 90° C. With a softening point of 70° C about 7 to 8% of these binders are required for briquetting, while with a softening point of 90° C about 14% are required. By adjusting the softening point, therefore, it is possible to vary the quantity to be produced as desired.

The quantity of material to be converted in a stall with the above described 3 operating methods are compiled in Table I, following, in which these assumptions were made:

Stall thruput = 37.5 t coal paste, of which
 30.4 t thick paste and 7.1 t pasting oil.
 Quantity of coal = 14.9 t dry or 13.7 t pure coal.
 Letdown produced = 18.7 t, to which 12.7 t
 thinning oil is added to make 31.4 t
 centrifuge mixture, from which are
 obtained 23.4 t centrifuge oil and 8 t
 centrifuge residue.

The compilation is based on the following specific figures:

The following data apply to 13.7 t pure coal when processed to:

	Arto Gasoline (without C ₁ - C ₄)	Aviat. Gasoline (without C ₁ - C ₄)
Yield	60%	55%
Production/Stall, t/h	8.23	7.54
H ₂ Consumption, m ³ /t	2750	3200
H ₂ Consumption/Stall, m ³ /h	22700	24100
Watergas (CO + H ₂ = 100), m ³ /h	24600	26200
Coke Consumpt. (0.85 kg/m ³), t/h	20.9	22.3

Table I indicates that, on the one hand, the oil contained in the residue is recovered together with the L.T.C. tar, and on the other hand, a considerable surplus of oils and L.T.C. tar is obtained above the normal production. It further indicates that the recoverable L.T.C. coke in the 3 different operating methods varies between 130 t and 30 t and that any desired quantity of coke can be produced between these limits. This may be determined as desired on the one hand by varying the adjustment of the softening point of the binder and, on the other hand, by using either letdown or centrifuge residue for the production of binders. The quantity of coke to be produced can further be varied as desired within these limits of 30 and 130 tons by using mixtures of letdown and centrifuge residue. Besides the coke yield and the surplus production of tar and oil a considerable quantity of surplus gas is produced at the same time. For the hydrogen used in one stall, between 21 and 22.4 t/h of coke are required, so that 110 to 6.5 tons of coke are produced in excess of the quantity required in one stall, depending upon the operating method used, I, II or III. Table II shows the most important production data.

621c

TABLE I

Briquet Binder from Letdown or Hydrog. Residue, Use in Home Plant

Operating Method	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
Production per Stall/h						
A. - Using Binder in Home Plant						
Soft. Point of Feed °C	18.7	18.7	18.7	18.7	17.0	17.0
Soft. Point of Binder °C	70.0	90.0	70.0	90.0	70.0	80.0
Topping Oil Yield	t/h	t/h	t/h	t/h	t/h	t/h
Binder Yield	13.3	4.6	1.65	2.3	1.8	2.2
	15.4	7.7	3.8	12.25	2.2	27.0
	82.4	75.5	41.2	37.8	6.2	78.0
Consumption of Binder	8.0	10 - 14	8.0	10 - 14	9.0	12 - 14
Coal (Dry)	178.0	127 - 86	89.0	63.5 - 43	63.0	42 - 36
Coal (10% H ₂ O)	198.0	141 - 96	99.0	70.5 - 48	70.0	47 - 40
Briquets Produced, (6%)	193.0	141 - 100	96.5	70.5 - 50	69.0	48 - 42
Gross Coke Yield (6%)	131.0	96 - 68	65.5	48 - 24	47.0	33 - 29
Excess I.T.C. Gas, m ³ /1000 Kcal	108000	79 - 54000	54000	39500 - 28000	38600	27 - 22400
L.T.C. Tar & Gasol. Yield (10%), t	19.3	14.1 - 10	9.65	7.05 - 5.0	6.9	4.8 - 4.2
Topping Oil Yield, t	3.3	4.6	1.65	2.3	1.8	2.2
Topp. Oil & L.T.C. Tar, t	22.6	18.7 - 14.6	11.3	9.35 - 7.3	8.7	7.0 - 6.4
L.T.C. Oil from Binder, t	8.4	6.4	4.2	3.2	2.4	2.3
Excess Prod. of Tar or Oil, t	10.9	7.7 - 3.6	5.45	3.85 - 1.8	4.5	2.5 - 1.9
B. - Sale of Binder to Outside Interests.						
Loss of L.T.C. Oil in Binder	8.4	6.4	4.2	3.2	2.4	2.3

621d

TABLE II

Products in the Making of I.T.C. Coke Briquets,
Using Briquet Binder from Letdown or Centrifuge Residue

Operating Method	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
Raw Coal (10% H ₂ O), t	198	141 - 96	99	70.5 - 48	70	47 - 40
Gross Coke t	131	96 - 68	65.5	48 - 34	47	33 - 29
Surplus Tar & Oil compared to normal operating method, t	10.9	7.7 - 3.6	5.45	3.85 - 1.8	4.5	2.5 - 1.9
Surplus I.T.C. Gas, m ³ /1000 Kcal	108000	79-54000	54000	39500-28000	38600	27-22400
Coke Consumption for 1 Stall, t	21	21	21	21	21	21
for auto gasol. t	21	21	21	21	21	21
for aviat. gasol. t	22.5	22.5	22.5	22.5	22.5	22.5
Surplus Coke for: auto gasoline, t	110	75 - 47	44.5	27 - 13	26	12 - 8
aviat. gasoline, t	108.5	73.5- 45.5	43	25.5 - 11.5	24.5	10.5- 6.5

621e

The above calculations were made with the assumption that the residual binder is used in the home plant for the production of L.F.C. coke briquets. If some binder is sold to outside interests, the oil contained in the binder and recoverable by L.F.C. is lost. This oil loss may be assumed to be 544 kg/t of binder from letdown with a softening point of 70° C and 450 kg with a softening point of 90° C or 400 kg for binder from centrifuge residues with a softening point of 70° C.

But since a surplus of tar or oil is produced, if the binder is used at home a mixed operating method could also be considered, whereby the oil loss due to sale of the binder could be balanced by the oil surplus in domestic processing. The relation between domestic processing and sale of the binder was calculated and compiled in Table III.

TABLE III

Briquet Binders from Hydro. Residue, Balancing the Hydro. Oil by Partial Sale and Partial Home Consumption

Operating Method	I		II		III	
	a	b	c	d	e	f
Data (see Table I)						
A. - Binder Consumption at Home.						
Briquet Consumpt.	8	10-14	8	10-14	9	12-14
Briquet	12.5	10-7.1	12.5	10-7.5	11.1	8.3-7.1
Yield	1.25	1.0-0.71	1.25	1.0-0.75	1.11	0.83-0.71
B. - Binder Sold Outside						
L.F.C. Oil loss	0.544	0.45	0.544	0.45	0.40	0.4
Binder for sale/t binder used at home,	2.3	2.2-1.6	2.3	2.2-1.6	2.75	2.1-1.8
Processing Hydr. Resid.						
Letdown Yield, t/h	18.7	18.7	9.4	9.4	8.0	8.0
TOTAL Binder, cf which are available, without hydr. oil losses, for processing:	13.4	14.1	7.7	7.05	6.2	5.8
1) - outside	10.7	9.8-8.7	5.4	4.95-4.35	4.55	3.9-3.7
2) - at home	4.7	4.3-5.4	2.3	2.1-2.7	1.65	1.9-2.1
Yield Int:						
Briquets	58.6	43-38.4	28.8	21-19.2	18.3	15.7-15
Tar	5.9	4.3-3.8	2.9	2.1-1.9	1.8	1.6-1.5
Gross Coke	40	29-26	19.5	14-13	12.5	10.7-10.2
Coal Input (dry)	53.9	39.7-33	26.5	20-16.5	16.7	13.8-12.9
Coal (10% H ₂ O)	60	44-36.6	29.5	22-18.4	18.6	15.4-14.3
Surplus Gas	33000	24-21500	16000	113-10800	10300	88-8400

621g

According to operating methods I to III, 40 to 10 tons of coke can be produced, which offers a further possibility to adjust the coke production to suit existing conditions at will. The most favorable operating methods are Ib or IIIa, wherein the H₂ requirement of a stall for auto or aviation gasoline may be covered by the coke production.

Plant Costs for Combined Residue Processing
with L.T.C. Coke Production

The quantities of briquets put thru L.T.C. per annum for the various operating methods I to III and cases "A" and "B" were calculated and compiled in Tables IV and V. The plant costs for a flushing gas plant by Lurgi, as well as those for a briquet plant, were also determined from bids by Lurgi and Schlichtermann & Kromer-Baum respectively. Besides complete erection, the following additions are included in the plant costs:

Spare Parts	3%
Contingencies	5%
Construction Taxes	5%

Costs of starting up and getting settled,
RM 1.1/ton briquets/ann.

TABLE IV
Case "A": Processing the Binder at Home

Operating Method	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
Briquets/ann	1575000	1150- 816000	787000	575- 408000	563000	392- 342500
L.T.C. plant costs (RM. 22.00/t/ann) Millions RM.	31.5	25.3- 17.95	17.3	12.65- 9.0	12.4	8.6 7.53
Binder plant costs (RM. 3.6/t/ann) Millions RM.	4.7	4.1-2.9	2.8	2.1-1.47	2.0	1.4-1.2
Total plant costs Mill. RM.	36.2	29.4-20.89	20.1	14.75-10.47	14.4	10.0-8.73
Gross Coke Prod/ann	1070000	782- 555000	535000	492- 277000	383000	266- 233000
Tar Prod/ann	157500	115- 816000	78700	575000- 408000	56300	39200- 34250
Coke Consumption pr. stall/ann for auto gasol.	71000					
for aviat. gasol.	76500					

621 h

TABLE I

Case "B": Processing the Binder with Equalized Oil Balance

Operating Method	I		II		III	
	a	b	a	b	a	b
Briquets/ann	478000	351- 313000	235000	171- 156000	149000	128- 122500
Plant Costs:						
L.F.C. Mill. RM.	10.5	7.7-6.9	5.17	3.76-3.43	3.28	2.8-2.7
Briquetting "	1.72	1.26-1.12	0.85	0.61-0.56	0.54	0.46-0.44
Total "	12.22	8.96-8.02	6.02	4.37-3.99	3.82	3.26-3.14
Gross Coke/ann	325000	248- 212000	159000	115- 106000	101000	87- 83200
Tar/ann	47800	35100- 31300	23500	17100- 15600	14900	12800- 12250
Coke Consumption pr. S'tall/Ann. for auto gasol. for aviat. gasol.	71000 76500					

621 i

The production costs of the L.T.C. coke are based on the following figures:

		Flushing Gas L.T.C. by Lurgi	Briquetting by Schüchtermann	Total Consumption
Power, etc/t briquets:				
Current,	KWH	17	13	30
Steam, 2-12 atm,	t	0.09	0.035	0.125
Fresh Water,	m ³	3.4	--	3.4
Return Coolg. Water	m ³	13.3	--	13.3
Heat Consumption,	Kcal	320000	--	320000
Dry Coal	t	--	0.02	0.02
Personnel	Men	0.07	0.021	0.091
Iron Req'd. kg/t/ann		15.0	2.5	17.5
Capital Investment	%	21.95	21.95	21.95
Total operating capital without material costs or credits, pr. t briquets, RM.		8.83	2.30	11.13

Proceeds from 1 ton briquets without binder (90%)

Fuel Oil, RM. 120./t	5.93%	=	RM. 6.40
Pitch, RM. 45./t	3.81%	=	1.54
Gasoline, RM. 200./t	0.89%	=	1.60
Surplus Gas, m ³ /1000 Kcal @ 0.00%		=	1.94
L.T.C. coke, 0-5 mm, RM. 15/t	1.46%	=	0.21
5-20mm, RM. 20/t	4.315%	=	0.97

Proceeds from 1t briquets without coke

RM. 12.66

Operating costs

11.13

Surplus per ton

RM. 1.53

L.T.C. coal, incl. freight + 10% H₂O,

RM. 18.80

Dry coal in 1t briquets, incl. freight

R 19.20

Price of coke in Politz

RM. 29.40 to 31.00

Based on these consumptions and prices, the cost of coke is

$$\frac{19.20 - 1.53}{0.68} = \text{RM. } 26.00/\text{t}$$

0.68

The price of coke at Politz is RM. 29.40 to RM. 31.00 per ton. In operating methods I to III the L.T.C. of the centrifuge residue is eliminated, the letdown or centrifuge residue is topped in the ball kiln instead. In operating methods I and II centrifuging is eliminated. The costs of processing the residues are included in the price of coke. In addition, 54,000 Kcal surplus gas are recovered per ton of briquet thruput, which saves roughly 110 kg of coal for fuel gas production.

Results of investigations of binders from letdown and centrifuge residue from Politz are shown in Table VI.

6214

TABLE VI

Investigation of Hydro. Residues from
Plitz and their Usefulness as Binders.

Designation	Softening Point °C.	Yield in Composition of the Hydro-Residues					Binder Consumed %	Character of I.T.C. Coke
		Briquet Binder %	Topping Oil %	Solids %	Ash in Benzol Solids %	Solubles in benzol %		
Original Letdown	18.7	---	---	30.0	50.5	70.0	19.4	---
Topped Letdown	70.0	82.4	17.6	32.2	43.8	67.8	26.9	10.0 good
Topped Letdown Original Centrif. Resid.	50.0	75.5	24.5	34.9	44.0	65.1	42.6	10-14 very good
Topped Centrif. Resid.	17.0	---	---	37.8	62.7	62.2	10.2	---
Topped Centrif. Resid.	70.0	78.0	22.0	53.1	59.1	46.9	20.7	7-8 bad
Topped Centrif. Resid.	80.0	73.0	27.0	60.3	54.7	39.7	22.5	12-15 medium

621 k

Besprechung in Rheinbraun am 5.6.1942.Anwesend: Dipl. Ing. Schappert
Dr. Becker.

Die im Frühjahr aufgetretenen Schwierigkeiten durch Kaviarbildung und Verkokung der Öfen sind durch Einspritzung von Kühlöl statt Kaltgas anscheinend weitgehend behoben. Nunmehr stellen Regeneratorschwierigkeiten, die die Lebensdauer einer Kammer auf 60-80 Tage begrenzen, den Engpass dar.

Die K-Werte der Regeneratoren klingen innerhalb von 30 Tagen von 250 auf unter 100 ab. Es treten Absetzungen auf durch feinen hart gewordenen Kohlebrei, die nicht vorwiegend aus lignitischen Fasern oder groberen Kohleteilchen bestehen. Die Siebanalyse des Ansatzes aus dem Regenerator weist nur verhältnismässig wenig dickere Teilchen als der Kohlebrei auf.

Regenerator-Ansatz: Rückstand auf dem 10000 Maschensieb: 30%
Kohlebrei: " " " " " " 12-13%

Direkte Verstopfungen in einzelnen Röhren sind noch nicht aufgetreten, deshalb sind auch bisher - bis auf einen Fall - noch keine Röhren abgerissen. Auch Durchschliffe sind noch nicht beobachtet worden.

Die Druckdifferenz einer gesamten Kammer ist von anfänglich 18 atm auf 35 atm gestiegen. Sie teilt sich wie folgt auf:

Regenerator Hinweg	16 atm	
Vorheizler	12 "	,anfänglich 8 atm.
Ofen	6 "	
Regenerator Rückweg	2,5 "	

Da die K-Werte des Vorheizlers noch gut sind, liegt die Verkrustung möglicherweise am Vorheizlerausgang. Die Hauptdruckdifferenz steckt im kalten Regenerator. Massnahmen zur Behebung der Schwierigkeiten

- 1) Die Temperatur vom kalten Regenerator-Eingang ist zu niedrig und muss gesteigert werden;
- 2) Die Geschwindigkeit im Regenerator ist mit 0,5m/sec zu gering und soll gesteigert werden, zunächst einmal extrem auf 1,2 m/sec. Zu diesem Zweck wurde in der Werkstatt in Hüls an dem Regenerator eine Querschnittsverengung vorgenommen und die zwei äusseren Rohrkränze entfernt.

Die Steigerung der Temperatur am Eingang des Regenerators wird erreicht durch Vorheizung des Gases in einem Gasgenerator und anschliessend in zwei Gashaarnadeln; nur der zweite Regenerator wird dann als Breiregenerator verwendet (vergl. Anlage 2). Diese Schaltung hat als Anfangslösung auch den Vorzug, dass bei dem grossen Verbrauch an Regeneratoren der Gasgenerator nach einem Kammerausbau verwendbar bleibt.

Da Kohlebreiviskositätsmessungen noch fehlen, die für die Beurteilung der Aufbereitung sehr wichtig sind, sollen diese in Leuna und Ludwigshafen beschleunigt durchgeführt werden.

f Asche

Die Entsandung von Ofen I hat zur Vermeldung des Kavlars vermutlich nichts beigetragen. Die Analyse der Entsandung zeigt keine Anreicherung spezifisch schwerer Bestandteile und gleicht der Analyse der Entschlammung. Der Festgehalt der Entsandung beträgt etwa 30 %, die Kohle ist zu mehr als 80 % abgebaut.

~~Die Kühlölpumpen sind auf eine Rohrleitung geschaltet.~~
Als Kühlöl wird Abstreiferschweröl verwendet. Es wird etwa doppelt so viel Kühlöl gefahren wie die Kammern verbrauchen. In der Leitung liegt ein grosses Puffervolumen mit einem Gaspuffer darüber. Die Leitung hat 45mm Durchmesser. Puffer und Rohrleitungsquerschnitt erweisen sich aber als zu klein. Sie sollen vergrössert werden. Wenn eine Kammer von Kaltgas auf Kühlöl umgestellt wird, zeigt sich, dass die benachbarte Kammer dadurch beeinflusst wird. Die Verwendung eines Kolbendifferenzmanometers bei der Rückentspannung des Kühlöles ist notwendig. Die Kammer lässt sich mit Kühlöl naturgemäss in der Temperatur weniger ruhig fahren als mit Kaltgas, doch scheint die Bedienung sich an diese schwierigere Fahrweise zu gewöhnen.

Die dritte Kohlekammer wird im Juli angefahren werden. Gleichzeitig wird die Hygasspaltanlage fertig und angefahren werden. Bei der dritten Kohlekammer wird die Entsandung weggelassen, der Breiregenerator mit verengtem Querschnitt zum Einbau und die Regeneratoren-Vorheizerschaltung wie auf Anlage 2 ausgeführt zur Anwendung kommen.

In Anlage 1 sind die wichtigsten Daten der jetzigen Fahrweise und die Ergebnisse wiedergegeben.

gez. Becker

2 Anlagen.

	Kammer 3	Kammer 4
Betriebstage	60 Tage	36 Tage
Kontakt	6 % Bayermasse +2 % Schwefel, koll. bez. a. TBK ₆	
Durchsatz	29-32 t	26 t einschl. Kalt- abschlamm
Kaltabschlammrückführung	15 % bezogen auf Kohle- brei	
Festest im Brei	41-42 %	
Reinkohle im Brei	30-31 %	
Reinkohledurchsatz	9-10 t = 0,3 kg/Ltr.	
Eingangsgas	33000 cbm = 1,1 cbm/kg Brei	
Kaltgas	0	
Kühlöl	7 cbm	
Druck	570 atm	
Temperatur	24,5 MV	
Anreibeöl	% Festes 2 - 3,5 % % Asphalt 6 - 7 %	
Abschlamm	% Festes 12-18 % % Asphalt 10-12 %	

KCBraun
5-21-47

Liquid Phase Operating Difficulties
at Rheinbraun, 1942
By Becker, Ludwigshafen, 5 June 1942

The difficulties due to caviar formation and coking of converters has apparently been largely eliminated by injecting cooling oil instead of cold gas. At present, however, trouble with heat exchangers, which limits their operating life to 60-80 days, represents the operating bottle neck.

The K-values of the heat exchangers deteriorate from 250 to below 100 within a month. Fine, hardened coal paste is deposited, which does not consist primarily of lignitic fibers or coarse coal particles. The screen analysis of the deposits from the heat exchangers indicates only relatively few particles coarser than the coal paste:

H.E. deposits: Oversize on 10000 mesh screen = 30%
Coal paste " " " " " " = 12-13%

No direct-plugs of individual tubes has yet occurred. Therefore, no tubes have broken up to this time, with one exception, nor has any wear-through been observed.

The pressure difference of an entire stall has risen from an initial 13 atm to 35 atm, divided as follows:

H.E. (charging pass)	16 atm
Preheater	12 " , (8 atm to start)
Converter	6 "
H.E. (return pass)	2.5"

Since the K-values of the preheater are still good, the encrustation is possibly at the preheater outlet. The main pressure difference is in the cold heat exchanger. To eliminate these difficulties we must do the following:

- 1) Increase the temperature in the cold heat exchanger, since it is too low.
- 2) The velocity in the heat exchanger is too low at 0.5 m/sec. and must be increased, first to an extreme of 1.2 m/sec. For this purpose the shop at Huls is reducing the cross-section of the heat exchanger and removing the two outer-rows of tubes.

The temperature at the inlet to the heat exchanger is increased by preheating the gas in a gas heat exchanger and subsequently in 2 gas coils; only the second heat exchanger is then used as paste heat exchanger, see Fig. 1. This arrangement also has this advantage, that the gas heat exchanger can still be used after a stall overhaul.

625a

Since we still lack measurements of the viscosity of coal paste, which are very important for judging the preparation, such measurements are to be made shortly in Leuna and Ludwigshafen.

Desanding converter 1 has presumably done nothing to prevent caviar. The ash analysis of the desanded material (Entsandung) shows no enriching of specifically heavier constituents and resembles the analysis of the letdown (Entschlammung). The solids content of the desanded material equals about 30% and the coal is converted over 80%.

The cooling oil pumps have been connected to a recycle loop (Ringleitung). Cold catch pot heavy oil is used as cooling oil. Twice as much cooling oil is run as the stalls consume. The line has a large surge tank with gas cushion above it. The line is 45 mm in diameter, but both line and surge tank have been found too small and should be enlarged. When a stall is changed over from cold gas to cooling oil, it is found that the adjacent stall is affected by it. It is necessary that a piston differential manometer be used in the expansion of the cooling oil. Naturally, the stall temperature is more difficult to control with cooling oil than with cold gas, but the operators have apparently got used to this more difficult operating method.

The third coal stall will be started in July. At the same time the hygas splitting plant will be ready to start. Desanding has been eliminated in the third coal stall, the paste heat exchanger with reduced cross-section will be installed and heat exchanger and preheater arrangement shown in Fig. 1 will be used.

Table I shows the most important data and results of the present operating method.

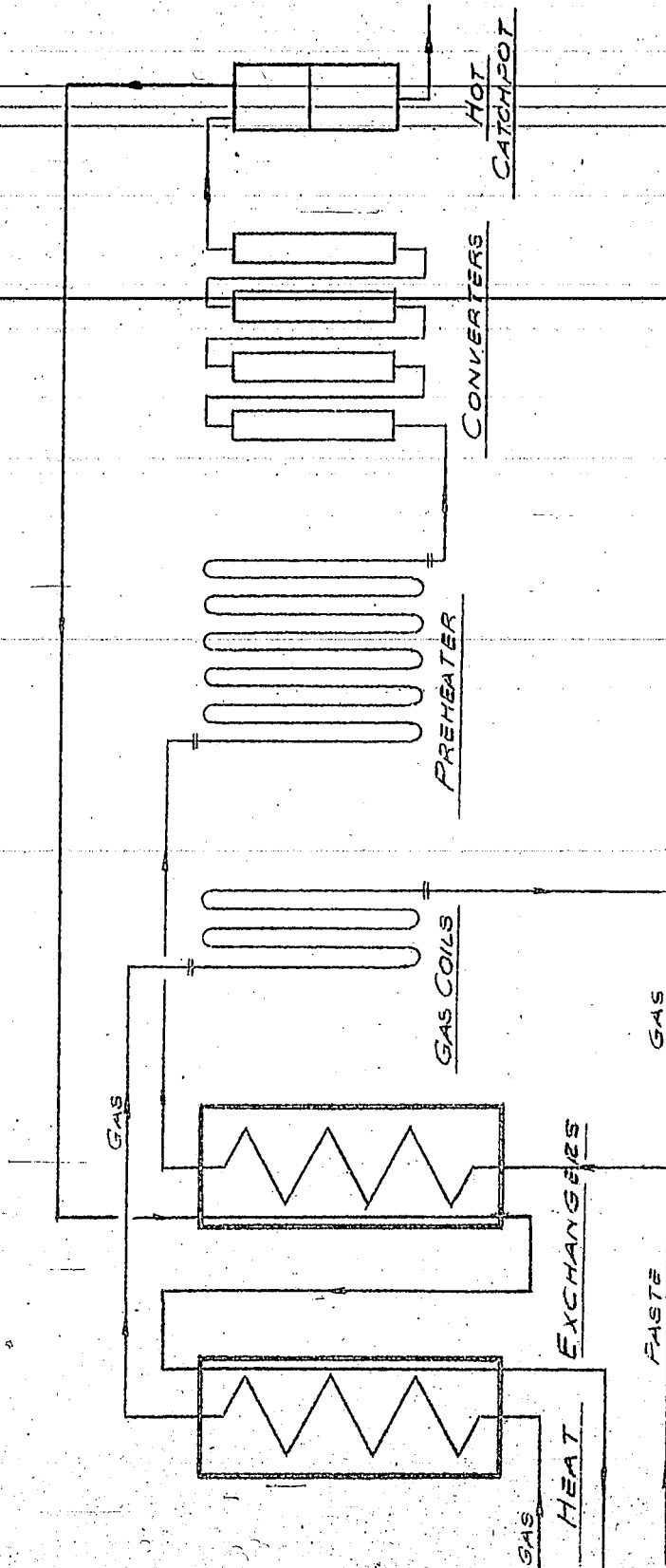
	TABLE I	
	Stall 3	Stall 4
Days operating	60	36
Catalyst		6% Bayermass +2% Sulfur, colloidal, based on dry br. coal/6% H ₂ O.
Thruput		29-32 tons, including cold letdown.
Cold letdown recycle,		15%, based on coal paste.
Solids in paste		41-42%
Pure coal in paste		30-31%
" " thruput		9-10 t = 0.3 kg/ltr.
Inlet gas		3300 m ³ = 1.1 m ³ /kg paste.
Cold "		0
Cooling oil		7 m ³
Pressure		570 atm
Temperature		24.5 mV
Pasting oil, % solids		2-3.5
" " % asphalt		6-7
Letdown, % solids		12-18
" " % asphalt		10-12

/fkp

625 R

T-365

FIG. 1



625c

L.PZ-109

T-366

Hochdruckversuche
Lu 558

6.11.42 Sfm/Eb

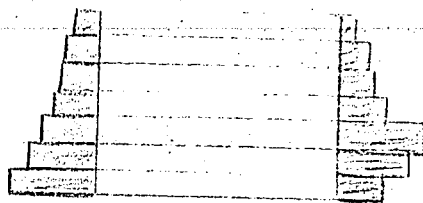
Vergleich von Pechen und Asphalten.

	Hochtemperaturteer		Steinkohle	Steinkohle	Schwelteer	Urteer-	Natürl.
	Pech Oberschles.	Ruhr	Hydrirung s-Asphalt Pölitze	Bitumen	s-Asphalt Brux	Pech Oberschl.	Erdöl-Asph Trinidad
% C	92,83	91,00	91,19	88,91	80,49	82,95	81,0
" H	4,58	4,83	4,79	5,53	6,29	7,45	10,5
" O	1,40	2,27	2,61	3,23	11,73	8,27	0,8
" N	0,93	1,10	1,33	1,70	1,09	1,06	0,7
" S	0,26	0,80	0,08	0,63	0,40	0,27	7,0
gH/100gC	4,94	5,31	5,75	6,21	7,80	8,98	13,0
gO+N+S/ 100 g C	2,8	4,58	4,4	6,26	16,5	11,6	10,5
Schmelz- punkt °C	67	73	-	208	-	50	87

gH/100 g C

100 C

gO+N+S/100 g C



(nur schematisches Bild,
nicht maßstabgerecht).

gez. Schiffmann

20708

626

Comparison of Pitches and Asphalts
By Schiffmann, Ludwigshafen, 6 November 1942

	High Temp. Tar Pitch		Bit. Coal Hydrog. S-Asphalt	Bit. Coal Bitumen	L.T.C. Tar S-Asphalt	Crude Tar Pitch	Trinidad Asphalt
	Upper Silesia	Ruhr	Politz		Brux	Upper Silesia	
% C	92.83	91.00	91.19	88.91	80.49	82.95	81.0
% H	4.58	4.83	4.79	5.53	6.29	7.45	10.5
% O	1.40	2.27	2.61	3.23	11.73	8.27	0.8
% N	0.93	1.10	1.33	1.70	1.09	1.06	0.7
% S	0.26	0.80	0.08	0.63	0.40	0.27	7.0
gH/100gC	4.94	5.31	5.75	6.21	7.80	8.98	13.0
gO+N+S/100gC	2.8	4.58	4.4	6.26	16.5	11.6	10.5
Melt. Pt. °C	67	73	-	208	-	50	87

/flp

626 a

L1 P4-111

translated
T-389

Hochdruckversuche
Lu 558.

17. November 1942. v.M.H./L.

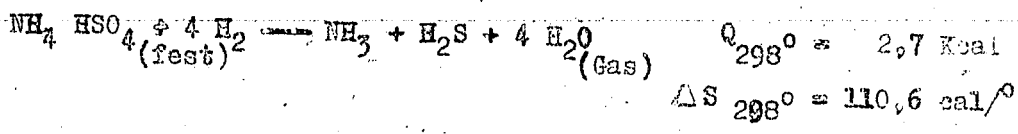
Zurück an
Vorzimmer-Dir. Dr. Pler

Über das Gleichgewicht bei der Reduktion von
NH₄HSO₄ bzw. CaSO₄ unter Hydrierbedingungen im Sumpfofen.

Nach Versuchen von Dr. Urban (Scholven) verringert Zugabe von (NH₄)₂SO₄ die Gefahr von Absitzungen im Sumpfofen; unter den Bedingungen der Hydrierung in Scholven zeigten sich aber Korrosionserscheinungen, als deren Ursache Anwesenheit von Schwefelsäure vermutet wird. Bei Versuchen im 10 Ltr.-Ofen mit rheinischer Braunkohle unter Zugabe von Ammonsulfat konnten derartige Korrosionserscheinungen nicht beobachtet und auch kein Sulfat in den Produkten nachgewiesen werden. Um zu beurteilen, ob vielleicht infolge des höheren H₂-Partialdruckes (700 gegen 300 atm) bei den Versuchen im 10 Ltr.-Ofen die Bedingungen für die Reduktion der Sulfate anders liegen als bei der Scholvener Fahrweise wird die Lage der Reduktionsgleichgewichte abgeschätzt und zwar für NH₄HSO₄, das aus (NH₄)₂SO₄ durch Abspaltung von NH₃ oberhalb etwa 350° gebildet wird und sich nicht weiter zersetzt, und CaSO₄, das durch Reaktion mit dem in der Kohle enthaltenen Kalk entsteht.

Es liegen folgende Daten vor:

Reaktion I:



dabei wird die Entropie S_{298° des NH₄HSO₄ mangels experimenteller (fest)

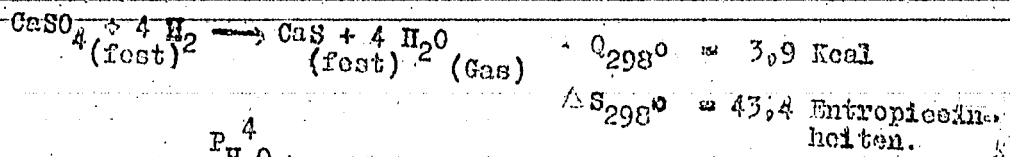
Daten in Analogie zu ähnlichen Salzen zu etwa 40 cal/° geschätzt. Die Gleichgewichtskonstante der Reaktion beträgt dann nach der Ullrichschen Näherungsformel bei einer Temperatur von 450°C, die wir hier zu Grunde legen wollen

$$\log K_p = \log \frac{P_{\text{NH}_3} \cdot P_{\text{H}_2\text{S}} \cdot P_{\text{H}_2\text{O}}^4}{P_{\text{H}_2}^4} = \frac{2700}{4,57 \cdot 723} + \frac{110,6}{4,57} = 0,82 + 24,2 = 25$$

Das Gleichgewicht liegt also unter allen Umständen völlig auf Seiten der hydrierten Produkte; daran wird auch eine Änderung des Entropiewertes von NH₄HSO₄ nichts ändern.

Als weitere mögliche Reaktion wird die Reduktion von Gips betrachtet.

Reaktion XI:



$$\log K_p = \log \frac{P_{\text{H}_2\text{O}}^4}{P_{\text{H}_2}^4} = \frac{3900}{4 \cdot 4057,725} + \frac{43,4}{4 \cdot 4057} = 1,18 + 9,5 = 10,68$$

$$\frac{P_{\text{H}_2\text{O}}}{P_{\text{H}_2}} = 4,7 \cdot 10^2 \quad +)$$

Das Gleichgewicht ist also in diesem Falle erst erreicht, wenn der H₂O-Partialdruck etwa 500 mal so hoch liegt wie der H₂-Partialdruck. Da in Wirklichkeit H₂ stets in grossem Überschuss vorhanden, verläuft also auch hier die Reduktion praktisch vollständig. Thermodynamisch betrachtet, sind also die bei Zugabe von (NH₄)₂SO₄ aller Wahrscheinlichkeit nach gebildeten Sulfate unter den Bedingungen des Sumpfofens, ganz gleichgültig, ob bei 300 oder 700 atm Druck, nicht beständig.

gez. v. Müffling.

+) Für die genauere Rechnung wäre zu berücksichtigen, dass die spezifische Wärme von H₂O-Dampf mit steigender Temperatur stärker zunimmt als die von H₂, und infolgedessen das Gleichgewicht bei genauerer Rechnung noch weiter auf der Seite der hydrierten Produkte liegen würde.

M. Pier's
private files.

Westernberg
July 11, 1947

REPORT ON A LECTURE BY PROF. STAUDINGER, FREIBURG i. Br.,
on 2/28/1941

PROBLEMS IN THE FIELD OF MACROMOLECULAR CHEMISTRY

In his lecture, Prof. Staudinger first discussed the difficulties found in the study of problems of macromolecular chemistry. Unlike the compounds of the smaller molecular weight, the macromolecules do not form uniform pure materials, but mixtures of highly polymerized molecules of a different length of the chains, which can not be separated chemically or physically. The molecular weights of such materials are averages. Experiments with substances of high molecular weights are not perfectly reproducible, because the viscosity of the solutions may vary even in solutions of the same concentrations, depending on the length of the chain. This is particularly true for products of decomposition and for synthetic compounds; natural products appear to have uniform and definite lengths of chains. Compounds of high molecular weight must be dissolved for investigation. These large molecules produce colloidal dispersions, the particles of which are not formed by a condensation of relatively large molecular chains, as in solutions of soaps, but the molecules of which are by themselves sufficiently long to form colloidal dispersions in any solvent. This is the difference between the macromolecules and the micellae.

This view point was confirmed by acetylation of macromolecular compounds, e.g. cane sugar; the acetyl residue was split off, and the degree of polymerization of the regenerated sugar compared with that of the original substance. The degree of polymerization was found to have been left unchanged. If the cane sugar had formed micellae, the reaction would have affected not the micellae as such, but each molecule independently, and the degree of polymerization would have become smaller.

The degree of polymerization is, moreover, the same in the different solvents, which again can not be made to agree with the usual behavior of the micellae, because the forces of cohesion holding the molecules together in the form of micellae vary under different outside conditions (solvents, temperature, etc.).

Molecular weights were determined from osmotic pressure measurements, as well as from viscosity determinations. The determination of the terminal groups was used as a chemical method for the determination of molecular weights. In doing this, the characteristic groups of the molecule (-OH; -COOH) were made use of in the determination, calculating, e.g. the molecular weight of the carbonic acid from the weight of the silver salt.

Changes are frequently produced during the solution, especially of the natural products, by, possibly, the effect of the oxygen of the air or by traces of acids, and they greatly increase the difficulties of study. The molecules present in such solutions are fibrous in structure. According to Dr. Staudinger, these fibrous molecules must be imagined as being fibrous, like glass filaments, which still can elastically vibrate. The fibrous molecule

628a

does not, however, have the mobility of a thread of wool, and can not therefore become converted into a spherical or spiral structure. Viscosities of such solutions are proportional to the length of the fibrous molecules, and the determination of viscosity can therefore be used for the determination of the constitution. The solution must however be sufficiently dilute, so that the fibrous molecules would not affect each other.

The viscosity law derived by Staudinger is:

$$\frac{\eta_{sp}}{c} = K_m \times M,$$

where η_{sp} is the specific viscosity (increase in viscosity of the solvent produced by the solute), c the concentration, M the molecular weight and K_m a constant characteristic for each homologous system of polymers.

The specific viscosity has a definite characteristic value for each substance, which depends on the length of the molecule, and is but slightly affected by the nature of the solvent. The viscosity of the solutions of fibrous molecules, is, therefore, according to this law, dependent on the degree of dispersion: fewer long molecules produce a higher viscosity than many short ones. Prof. Staudinger states the law, that the same length of molecules is present when in the same concentration of two substances the specific viscosities are equal. The specific viscosity is therefore independent from the diameter of the molecules.

The validity of the law was proven by a comparison of the computed and experimentally determined values for the constant K_m . The law of viscosities can be applied only to fibrous macromolecules, and is no longer valid when dealing with spherical structures or lower molecular weight compounds. Exceptions to the law have however been found also with macromolecular compounds; caused by the branching of the chains: a side chain increases only the diameter of the molecule, not its length.

The specific viscosity is either not dependent on the temperature, or else only slightly so (investigations at 20° and 60° C). When, however, the length of the chain exceeds certain limits, the solution becomes more viscous at higher temperatures, because the mobility gradient occurring during the viscosity determinations and the orientation of the molecules connected with it counteract the heat motion.

Prof. Staudinger illustrated his experiments by describing in greater detail rubber, cellulose, starch, albumin, as well as high molecular weight synthetic products. He stressed in particular the difference between Buna and the natural rubber; the natural rubber indicates long side chains on the fibrous molecules, while Buna rubber has many short ones. This results in a poorer formability of the Buna in comparison with the natural rubber, as well as its property to readily form rings and become difficultly soluble.

Signed, Henkels.

/fkp

6282

mittels
Proben der Temperaturen

D. Z. 54, 294, 166 (Dr. Wild)

4. M-112

T-362

Hydrierwerk Schelven
Aktiengesellschaft,

Gelsenkirchen-Werke.

St/3-3c/Scho

20. Mai 1941/Pu.

Erfahrungsaustausch.

Wir sind a. M. noch mit der Auswertung Ihrer Vorheizler beschäftigt. Wir wollen Ihnen aber zuvor die bei Ihnen aufgenommenen Temperatur-Referenzen Ihrer Vorheizler zusenden, da dieselben für Sie von Wichtigkeit sein können. Sie ergeben aus der beiliegenden Tabelle

- 1) die Vorheizeraustritts-temperatur der Kohleöfen wie der 6454-Ofen ist praktisch gleich Null, d. h. das Element ist sehr gut isoliert und es kann als wirkliche Anzeige benutzt werden.
- 2) Dagegen hat Ihre 7019-Kammer eine Korrektur von $+15^{\circ}\text{C}$, d. h. die Anzeige Ihres Elementes 44 ist um 13° zu niedrig; so heizen Sie also an dem angegebenen Tag (7.5.41) tatsächlich auf 494°C auf, gegenüber der Anzeige des Elementes 44 von nur 481°C .

Daraus folgt:

- a) Die dem Produkt im Vorheizler zugeführte Wärmemenge ist in Wirklichkeit wesentlich größer als Sie bisher annahmen, so daß also auch der tatsächliche Wirkungsgrad höher ist und die dem Vorheizler zugeführte Wärmemenge nunmehr auch nachgewiesen werden kann.
- b) Da vorgesehen war, daß die Ofeneintrittstemperatur gleich Vorheizeraustrittstemperatur nur 495°C betragen soll, so wird der Vorheizler wesentlich stärker belastet als damals geplant war. Ein großer Teil der Aufheizschwierigkeiten ist auf diesen Umstand zurückzuführen.

Die Temperaturbilder Ihrer Kohleöfen selbst sowie Ihrer 7019-Kammern gehen Ihnen bald zu.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Anlage: 1 Tabelle.

gez. Pier

gez. I. V. Simon

629

2.8.41

Ludwigshafen, den 20. Mai 1941 / Fu.

Measurement at Preheater Outlet
 Temperatur-Messung des Vorheizer-Ausgangs.

Highest Temp. in Conv. Outlet temp. of last Conv. or Hot Catch pot

Mean of El. 1+2+3 of 1. Conv. Hy-Werk Scholven (7.5.41) Load on Preheater

Kammer	Nr.	Press. atm	Number and Dimension of Converter	Total Volume of Converter	Mounting of the Elements	Before Injection Vor dem Einspritzen				After Injection in position of equilibrium Nach dem Einspritzen im Beharrungszustand						
						Belastung des Vorheizers m ³ /h	t/h	Mittelwert v. El. 1+2+3 des 1. Ofens	Temp. El. 44	Korr. Temp. El. 44	Belastung des Vorheizers m ³ /h	t/h	Temp. El. 44	Korr. Temp. El. 44	Höchste Temp. in dem Ofen	Austrittstemp. aus dem letzten Ofen bzw. Heißabscheider
Coal Stall Kohlekammer	2	700	3 St 18 m 18 " 15 " " " all 1000 Ø	39	welded-on, insulated with mats aufgeschweißt mit Matten isol.	20 000	20 Anreiböl Feeding Oil	348°C	335°C	15°C	35 000	35	411°C	424°C	475°C in Ofen 3 Conv.	495°C
Kohlekammer	1	300			aufgebunden mit Matten isol.	28 000	7	295°C ^{x)}	293°C	+2°C	28 000	24	394°C	396°C	472°C	435°C
"	3	"			"	25 000	15	378°C ^{x)}	378°C	-	28 000	24	402°C	402°C	472°C	435°C
"	5	"			"	28 000	5 + 10 t/h Heißumlauf Hot Recycle	348°C ^{x)}	351°C	-3°C	28 000	24	399°C	402°C	472°C	437°C
7019	6	"	2 + 1		"	35 000	-	489°C	476°C	+13°C	30 000	16	481°C	494°C	506°C Ofen 2 Conv.	502°C
6434	9	"	2 + 1		"	30 000	-	382°C	380°C	+2°C	30 000	18 + 4	399°C	401°C	419°C Ofen 2 Conv.	392°C
6434	12	"	2		"	40 000	-	368°C	368°C	-	35 000	12	368°C	370°C	416°C	409°C

before adding catalyst, which strongly influences temperature.
 x) noch vor Kontakzugabe, welche die Temperatur stark beeinflusst

Preheater Outlet Temperatures
(Report to Scholven, Gelsenkirchen - Buer.)
Ludwigshafen, 20 May 1941

We are presently evaluating your preheater. However, we are sending you herewith corrected preheater temperatures taken by you, since they may be of importance to you. You may see from the attached table:

- 1) The preheater outlet temperature of the coal converters as well as the 6434 converters is practically zero, i.e. the element is very well insulated and can be used as a true indicator.
- 2) On the contrary, your 7019 stall has a correction of $+ 13^{\circ} \text{C}$, i.e. the indicated temperature of your element 44 is 13°C too low. On the given date (7.5.41), therefore, you are actually heating to 494°C , whereas element 44 shows only 481°C .

From this we conclude:

- a) The heat supplied to the product in the preheater is actually considerably greater than you had assumed before, so that the actual efficiency is, therefore, also greater, and the heat supplied to the preheater can now be actually determined.
- b) Since it was intended that the converter inlet temperature should equal the preheater outlet temperature of only 485°C , the load on the preheater is considerably greater than originally planned. A good part of your preheater difficulties are due to this circumstance.

/skp

630 a

8-362

Temperature Measurement at Preheater Outlet
 By: Work Scholven (7.5.41)

Still	No.	Press. atm	Number and Disposition of Convert- ers	Total Volume of Conv. m ³	Mounting of Element 44	Before Injection			After Injection in position of equilibrium						
						Load on Preheater m ³ /h	Temp. of El. 1-2-3 of 1. Conv.	Temp. El. 44	Load on Preheater m ³ /h	Temp. El. 44	Temp. of El. 44	Highest Temp. in Conv.	Outlet Temp. of last Conv. or Hot Catchpot		
			<i>Example</i>												
Coal Still	2	400	3 St 18 m lg 1 " 15 " " all 1000 ϕ	39	Welded-on, insu- lated with matts	20 000	20	345°C	325°C	13°C	35 000	25	411°C	424°C	475°C in Hot Catchpot
Coal Still	1	300	4		Welded-on, insu- lated with matts	24 000	7	295°C	295°C	42°C	28 000	24	392°C	392°C	472°C
	3	"	3		"	25 000	15	375°C	375°C	"	28 000	24	402°C	402°C	472°C
	3	"	3		"	25 000	5	345°C	345°C	30°C	25 000	24	395°C	405°C	472°C
7019	6	"	2+1		"	35 000		485°C	475°C	415°C	30 000	16	481°C	494°C	506°C
613	0	"	2+1		"	30 000		360°C	350°C	290°C	30 000	18+4	390°C	401°C	419°C
						10 000		345°C	345°C	"	35 000	12	360°C	370°C	416°C

630 h

430° C aufgeschwitzte Brei bei der Mischung mit dem etwa 275° C warmen Dickbrei wieder auf etwa 360° C abgekühlt wird. Es könnte sein, daß diese Abkühlung für den weiteren Reaktionsverlauf nicht fördernd ist. Falls sich dies herausstellen sollte, gibt es zwei Mittel, die Regenerationskomponente weniger abzukühlen (nur auf etwa 385° C).

- a) Durch Vergrößerung des Breiteils auf Kosten des Gemischteils, also Aufheizung des Dickbreis auf z.B. 310° C statt wie jetzt nur 275° C.
- b) Erhöhung der Dünnbreikomponente bei Erhöhung der Festkonzentration, was dann möglich sein wird, wenn die seiner Zeit vorgeschlagenen Abänderungen der Kohlenanlage durchgeführt sein werden.

Das aus den Öfen abziehende Produkt hat in beiden Fällen etwa die gleichen Verweilzeiten in Regeneratoren und Kühlern. In Nordstern geschieht die Kühlung über einen Gasregenerator + Luftkühler + Wasserkühler, während in Stettin über 3 Regeneratoren + Wasserkühler erfolgt.

Zusammenfassung:

Es wird für die Anlagen Nordstern und Pöhlitz die Abhängigkeit der Temperatur im Sumpfhaseystem von der Verweilzeit unter besonderer Berücksichtigung der Gasbelastung dargestellt. Die sich für die beiden Anlagen ergebenden Unterschiede dürften nicht groß sein.

gez. Wilde

gez. Schappert

Werk works	Druck at press. atm.	Zahl d. Ofen No of convt. in 3	Vol. d. Ofen M ³ capacity of convt.	Belastung t/h	Load m ³ /h	Temperature of outlet from Vorheizer-Ausgang Gemessen C measured. corrected temp.	Max. Temp. Höchste Temp. in den Ofen in converters C	Temp. in last converter of series C
Scholven	500	4	52	24	28 000	394	472	435
		3	39	24	28 000	402	472	435
		3	39	24	28 000	399	472	437
Welheim	550	4	37,8	23	17 000	461	483 (Of. I)	456
		4	16,2	13	14 000	471	483 (Of. II)	459
Gelsenberg	700	3	26,75	21	23 000	432	476 (Of. I & II)	465
		3	25,5	25,5	23 300	416	476 (Of. I)	466
		4	35,25	28	27 200	423	478 (Of. II)	464
		4	36,25	32	30 500	406	476 (Of. II)	465
Stettin	700	4	38	40+9,6	30 000	415	476 (Of. III)	430
		4	39	34,2	22 000	430	484 (Of. III)	435
		4	39	36,4	22 000	448	484 (Of. III)	435
Bühlen	300	3	27,3	27,5	15 000	432	488	442
		3	26,3	27,6	18 000	442	488	452
		3	30	38,0	18 000	446	482	440
Wegleben	550	4	16,9	11,5	30 000	451	500 (Of. II-IV)	500
Welheim	300	2+1		18+4	30 000	399	419 (Of. II)	392
		2		12	35 000	368	416	409
Scholven	300	2+1		16	30 000	481	506 (Of. III)	502
		4		20,5	35 000	380	398 (Of. III)	392
		3		25	37 000	482	513 (Of. III)	501
Stettin	200	4	27,4	26,0	28 000	403	468 (Of. II)	447
		4	27,4	26,0	28 000	401	462 (Of. II & III)	440
		4	27,4	26,0	28 000	384	472 (Of. II)	449

Anlage 2

Anlage 1

Coal Stall at Nordstern
Kohle kammer Nordstern.

T-234

	Durchsatz throughput		Conditions of inlet Zustand beim Eingang		Conditions of outlet Zustand beim Ausgang		Dimension der Appa- ratur Size of equipment		Füllungs- grad der Ofen %	Geschwin- digkeit m/sec.	Ver- weil- zeit sec.
	t/h	m ³ /h	°C	Vol. m ³ /h	°C	Vol. m ³ /h	Querschnitt m ²	Länge m			
Vorheizer Breiteil Preheater, paste part	36	3 000	120	32 8	40	270	0,0064	246	1,58	1,9	130
Vorheizer Gemischteil Preheater, mixture part	36	36 000	330	37 131	168	425	0,0064	422	2,7	7,8	55
Ofen I Converter I	36	36 000 (3)	450	42 187	229	474		18	9,5		407
Ofen II	36	44 000 (3)	474	42 195	237	474		18	9,5		363
Ofen III	36	54 000 (3)	474	42 239	281	474		18	9,5		355
Ofen IV Hot Catchpot	36	60 000 (3)	466	42 272	384	466		15	7,75		266
Heißabscheider	36	66 000 (3)	455	42 286	328	430			3,26 ¹⁾		32
Reg. Rückweg Heat exchanger, return part	18	62 000	430	25 258	283	320	0,03	17	0,51	2,45	7
Luftkühler Air cooler	18	62 000	320	22 224	246	260	0,0077	84	0,65	8,6	10
Wasserkühler Water cooler	18	62 000	260	21 205	226	60	0,0159	192	3,05	3,4	59
Produktabstreifer Cold Catchpot	18	62 000	55	18 144	162	55	-	6	4,75 ²⁾		31

1) Gasraum 2 2 m³
2) 1/3 gefüllt
3) Kaltgas.
Gas volume
1/3 full
cold gas

Anlage 2

Appendix 2

Kohlelektammer Stettin

Coal Sta. H. 5-10-11

T-234

	Durchsatz		Zustand beim Eingang		Zustand beim Ausgang		Dimension der Apparatur			Füllungsgrad d. Ofen		Geschwindigkeit	
	t/h	m ³ /h	°C	Volumen m ³ /h	°C	Volumen m ³ /h	Querschnitt m	Länge m	Vol. m ³	%	m/sec.	Zeit	
												min	sec
Abf. (charging part)	21	26 000	120	19 } 89 79 }	430	24 } 132 108 }	0,0068	3 x 17	3,47		0,36	120	
Reg. Hinweg (Dünnbrei) <i>PREHEATER, PASTE PART</i> Vorheizer Breiteil (Dickbrei)	21	4 000	110	18,5 } 29 10,5 }	260	21 } 34 13 }	0,0064	215	1,38		1,3	170	
Vorheizer Gemischteil <i>PREHEATER MIXTURE PART</i>	42	30 000	360	45 } 160 115 }	425	47 } 172 125 }	0,0064	390	2,5		7,3	54	
Ofen I	42	30 000 } +5 500 }	455	48 } 177 129 }	480	49 } 207 158 }		18	9,5	59		412	
Ofen II	42	35 500 } +8 500 }	476	49 } 204 155 }	480	49 } 244 195 }		18	9,5	53,5		374	
Ofen III	42	44 000 } +7 000 }	476	49 } 245 196 }	480	49 } 277 228 }		18	8,5	48,0		335	
Ofen IV	42	51 000 } +7 000 }	476	49 } 275 226 }	473	49 } 305 256 }		15	7,75	44		250	
HeiBabscheider	42	58 000	458	49 } 299 250 }	440	49 } 294 245 }		-	3,26 ¹⁾			32	
Reg. Rückweg	21	50 000	440	29 } 240 211 }	250	25 } 187 162 }	0,03	3 x 17	1,53		2,0	26	
Wasserkühler	21	50 000	250	25 } 187 162 }	58	21 } 136 115 }	0,0212	144	3,05		2,1	70	
Produktabstreifer	21	50 000	55	21 } 135 114 }	55	21 } 135 114 }	0,785	6	4,75 ²⁾			27	

1) Gasraum 2,2 m³
2) 1/3 gefüllt
3) Kaltgas

Recordings as in table, except for absence of

"Abscheider" here

50
51

- 1) Gas volume 2.2 m³
- 2) 1/3 ball
- 3) Cold gas.

App. 1

8-234

Coal Mill at Kerdston

	Throughput		Conditions at Inlet		Conditions at Outlet		Size of Equipment			Degree of filling of conversion	Velocity	Time of Contact
	m ³ /h	m ³ /h	°C	Vol. m ³ /h	°C	Vol. m ³ /h	Gross Surface	Length	Volume			
Preheater, paste part	36	3 000	120	32 (40)	270	36 (45)	0.0054	245	2.53		1.9	130
Preheater, mixture part	36	36 000	330	37 (131)	425	40 (152)	0.0054	422	2.7		7.8	55
Converter I	36	36 000 +6 000 3)	450	42 (127)	474	42 (195)		18	9.5	90		107
Converter II	36	44 000 -10 000 3)	474	42 (127)	474	42 (210)		18	9.5	57		365
Converter III	36	54 000 +6 000 3)	474	42 (239)	474	42 (265)		18	9.5	43.5		395
Converter IV	36	60 000 +6 000 3)	456	42 (272)	466	42 (289)		15	7.75	40		266
Hot Catalyst	36	66 000 +5 000 3)	455	42 (256)	470	42 (298)			3.25 ²⁾			32
Heat exchanger, rotary pass	18	62 000	430	23 (258)	320	22 (224)	0.03		0.51			7
Air Cooler	18	62 000	320	22 (224)	260	21 (205)	0.0077		0.65			10
Water Cooler	18	62 000	250	21 (205)	60	18 (144)	0.0159		3.05			50
Cold Catalyst	18	62 000	55	18 (144)	55	18 (144)			4.75 ²⁾			31

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

DIAGRAM OF THE TEMPERATURE AND TIME OF CONTACT RELATIONSHIP
IN THE LIQUID PHASE STALLS OF NORDSTERN AND PÖLITZ.

May 5, 1942

At Dr. v. Hartmann's suggestion, the time of contact in the liquid phase stalls at Nordstern and Pölitz were studied in relation to the temperatures of the coal passing through the stall.

All the data required for the computation are summarized in app. 1 and 2. The curve in app. 3 (*) was drawn from them, and the relationship between the volume of the apparatus and the feed temperatures is indicated there. A comparison of the principal parts of the two installations, i.e., the converters, was made possible by using the start of converter I as the origin. For comparisons of any kind, the volumes of the preheaters and the heat exchangers must be added.

An important assumption on the degree of filling must be made to permit one to show the temperature curve in relation to the time of contact: measurements of pressure differences in Nordstern as well as in Pölitz indicated a 50% filling. The degree of filling is however affected by the amount of gas, and a corresponding relation must be assumed to permit one to compare the gas distribution in the two stalls. The relation between the degree of filling and the gas load is shown in app. 4 (*) (fig. on the right). This curve permits the construction of the app. 4, and again, as in fig. in app. 3, the start in the converter was selected as the zero point of the time of contact.

We observe the following two characteristic differences in the time of contact of the two installations at Nordstern and Pölitz:

1. The converter temperatures in Stettin are 4° higher than in Nordstern.
2. The time of contact in the Nordstern converters is found to be 40 sec., or 2.9% greater than in Stettin.
3. Because of the paste heat exchange practised in Stettin, there is a division of paste into two streams; in Stettin as well as in Nordstern part of the paste requires around 150 sec. to be heated to 275° (in Nordstern this represents all of the paste), this time of contact is definite, because the paste and the gas travel without relative

(*) App. 3 and 4 not available (trans.).

636a

~~velocity (with respect to each other), and one may safely~~
assume that in the forward pass through the heat exchanger
the gas does possess some relative velocity with respect to
the paste. This lengthens the time of contact in the heat
exchanger, and the heat exchanger, like the converter
possesses a "degree of filling". Efforts will be made to
determine this degree of filling. As long as it is not as
yet known, the minimum time was introduced into the curve
obtained for the case when gas and paste flow together.

Another important difference in the process with paste
heat exchange consists in the mixing of the thick paste at
275° C with the paste heated to 430° C, which results in a
cooling to about 360° C. This cooling may not be helpful for
the subsequent course of the reaction. Should this be found
to be true, two ways are possible to cool less the heat
exchange components (to only about 385° C):

(a) By increasing the proportion of the paste fraction
at the cost of the mixture, i.e., by heating the thick paste
to 310° instead of the present 275° C;

(b) By increasing the thin paste component by increasing
its solids concentration which will become possible when the
already suggested changes in the coal grinding installation
are carried out.

The products leaving the converter at the two plants
have about the same time of contact in the heat exchangers
and coolers. The cooling in Nordstern is done in a gas heat
exchanger, air cooler, and water cooler, while in Stettin in
three heat exchangers and water cooler.

Summary:

An expression is given for the time of contact in the
installations at Nordstern and Pöhlitz in relation to the
temperature in the liquid phase, with a special consideration
of the gas load. The difference found for the two install-
ations should not be large.

/s/ Wilde, Schappert

- 1) Gas volume 2.2 m³
- 2) 1/3 fall
- 3) Cold gas

Appendix 2

Coal Stall, Stettin

T-234

	Flowrate		Conditions at Inlet		Conditions at Outlet		Size of Equipment			Degree of filling of non-venters	Velocity m/sec	Time of Contact sec
	t/h	m ³ /h	°C	Vel. m ³ /h	°C	Vel. m ³ /h	Grain Section m	Length m	Volume m ³			
F. H. (charging pass)	21	25 000	120	19) 69 79)	130	24) 108 132)	0.0055	3 x 17	3.47		0.96	120
Prefilter, mixture part	22	4 000	110	16.5) 29 10.5)	260	21) 34 13)	0.0064	255	1.35		1.3	170
Prefilter, mixture part	22	30 000	360	15) 160 115)	125	17) 172 125)		390	2.5		7.3	54
Converter I	22	30 000 +3 500-3)	455	19) 177 189)	160	19) 207 155)		18	9.5	59		112
Converter II	22	35 500 -8 500-3)	476	19) 204 159)	160	19) 214 175)		18	9.5	53.5		374
Converter III	22	44 000 -7 000-3)	476	19) 215 195)	160	19) 277 228)		18	8.5	43.0		335
Converter IV	22	51 000 +7 000-3)	476	19) 275 226)	175	19) 305 255)		25	7.75	44		250
Hot Catchpot	22	56 000	458	19) 299 250)	140	19) 294 245)		—	3.26 ^{b)}			32
Heat Exchanger, return pass	21	53 000	420	29) 210 211)	250	25) 187 162)		3 x 17	1.53		2.0	25
Water Cooler	21	50 000	250	25) 167 162)	58	21) 136 115)		144	3.05		2.1	70
Cold Catchpot	21	50 000	55	21) 135 114)	55	21) 135 114)		6	4.75 ^{c)}			27

Works		Press. Atm.	No. of Convert.	Capacity of Conv. m ³	Load		Temperature of Outlet from Preheater			Max. Temp. in Converters °C	Temp. in last converter, or hot exhaust °C
					t/h	m ³ /h	Measured	Correction	Corrected Temperature.		
Scholven	Coal Stall	300	4	52	24	28 000	394	+2	396	472	435
			3	39	24	28 000	402	+0	402	472	435
			3	39	24	28 000	399	+3	402	472	437
Wolheim	Tar Stall	550	4	37.8	23	17 000	461	+3	458	483 (Con. I)	456
			4	16.2	13	14 000	471	+0	471	483 (Con. I)	459
Golzenberg	Coal Stall	700	3	26.75	21	23 000	432	+0	432	476 (Con. I & II)	465
			3	26.75	25.5	23 300	426	+0	426	476 (Con. I)	466
			4	36.25	23	27 200	423	+0	423	478 (Con. II)	464
			4	36.25	32	30 500	406	+3	409	476 (Con. II)	465
Stettin	Coal Stall	700	4	39	40.9.6	30 000	413	+7	420	476 (Con. III)	430
	Tar Stall		4	39	34.2	22 000	430	+16	446	484 (Con. III)	439
			4	39	36.4	22 000	448	+3	451	484 (Con. III)	435
Hühler	Tar Stall	300	3	27.3	27.5	15 000	432	+16	448	458	442
		300	3	26.3	37.6	18 000	442	+16	458	468	452
Magdeburg	"	226	3	30	38.0	18 000	446	+11	457	482	449
Wolheim	Vapor phase	550	4	16.9	11.5	30 000	452	+4	456	500 (Con. IX-IV)	500
Scholven	6434 6434 7019	300	2-1		16.4	30 000	399	+2	401	419 (Con. II)	392
			2		12	35 000	368	+0	368	416	409
			2-1		16	30 000	481	+13	494	506 (Con. II)	502
Stettin	6434 7019	300	4		29.5	35 000	380	+14	394	396 (Con. III)	392
			3		23	37 000	482	+7	489	513 (Con. IX)	501
Lensa	Coal Stall	200	4	27.4	26.0	28 000	403	-5	398	458 (Con. IX)	447
		200	4	27.4	26.0	28 000	401	-9	392	462 (Con. IX&IX)	449
		200	4	27.4	26.0	28 000	384	-15	369	472 (Con. IX)	449

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pfler

T-238

Translated

Hydrowerk Scholven
Aktiengesellschaft

Gelsenkirchen - Bux

Liquid Phase
#114

Hochdruckversuche 26. Mai 1941 Sch/W.
P/Lu 558

Temperaturbilder Ihrer Kohlekammern.

In der Anlage übersenden wir Ihnen die wärmetechnische Auswertung Ihrer Kohlekammern 1, 2, 3 und 5.

Anlage I zeigt eine Zusammenstellung der K-Werte der einzelnen Gassen und zwar unterteilt für die beiden Fahrweisen

- a) ohne Breigasszuführung
- b) mit " "

Es wird die von Ihnen bereits festgestellte Beobachtung bestätigt:

1. Der K-Wert des Breitteils liegt um etwa 1/3 niedriger, wenn kein Breigas gefahren wird.
2. Obwohl im Gemischtteil (mittl. + heiße Gasse) jeweils die gleiche Gasmenge gefahren wird, setzt sich auch hier die Absenkung des K-Wertes fort, für beide Gassen zusammen etwa um 10%.

Anlage Ia zeigt ein Beispiel für eine Durchrechnung: Dabei wurden die gemessenen Produkttemperaturen, ferner Ein- und Ausgangstemperatur des Wälgasses beibehalten; die Wälgasszwischenstemperaturen wurden nach der Wärmebilanz berechnet. Auch die andere Methode, sämtliche gemessenen Wälgasstemperaturen beizubehalten führen zu dem qualitativ gleichen Ergebnis.

In Anlage II ist auf Grund der obigen Ergebnisse die Wirksamkeit von Verdrängern errechnet, da zur Erhöhung der Wälgassgeschwindigkeit in die Haarnadeln eingebaut werden; Skizze solcher Verdränger Anlage III.

-2-

637

9876

Es ergibt sich, daß der K-Wert dadurch im Mittel um 15% gesteigert werden kann. In der heißen Gasse wird man jedoch Verdränger mit Rücksicht auf die Rohrwandtemperatur nicht einbauen.

Die Verbesserung des K-Wertes geschieht natürlich auf Kosten des Wärmewiderstandes und zwar wird für Ihre Verhältnisse der Widerstand einer Haarnadel von 3 auf etwa 3,5 mm Wassersäule erhöht, d.h. der Einbau von Verdrängern in eine Gasse erhöht den Widerstand dieser Gasse und damit des gesamten Vorheizers um etwa 30 mm Wassersäule. Da Ihre Kältegasgebläse für 300 mm Wassersäule ausgelegt sind und 22 Haarnadeln eines Vorheizers höchstens 70 mm davon betragen, so wäre aus wirtschaftlichen Gründen die Erhöhung des Nutzwiderstandes ^{Kälte} angebracht. Wir schlagen daher vor, vorläufig nur die Gasse mit Verdrängern auszurüsten. Diese Verdränger bringen Ihnen den Vorteil einer zusätzlichen Haarnadel, den Sie entweder mit einer Durchsatzsteigerung von 1 to/Std oder mit einer Temperaturabsenkung des Kältegasos um etwa 7°C ausnützen können.

Heil Hitler!

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT.

K. H. T. W. W. W.

4 Anlagen

Anlage 1

Kammer Nr.	Datum	Breigas-Nadel			Breiteil			Gemischteil						Gashaarnadel			
		C m/sec	Ka	Ki	C m/sec	Ka	Ki	mittl. Gasse			heiße Gasse			C m/sec	Ka	Ki	
								C m/sec	Ka	Ki	C m/sec	Ka	Ki				
a) ohne Breigas																	
1	7.5.41				9,4	2,35	47	13,7	3,8	70	15,1	7,3	121	15,2	5,4	102	
2	11.4.40				12,6	4,05	81	13,9	5,4	99	14,9	6,2	100				
2	15.3.40				11,8	4,8	96	13,3	5,7	105	14,0	4,3	70				
2	1.3.40				11,5	3,65	73	13,0	6,3	116	13,8	4,05	65				
2	3.4.40				12,4	4,6	92	13,7	5,4	99	14,7	6,2	100				
Mittelwerte						3,8	78		5,3	98		5,6	91		5,4	102	
b) mit Breigas																	
	17.9.40	9,5	7,7	154	10,3	7,0	140	11,1	4,4	80	12,1	9,3	141	12,2	9,1	139	
3	1.3.40	11,3	8,4	168	12,0	5,7	114	4,2	6,2	112	14,3	8,9	134				
3	1.11.40	11,3	6,5	130	12,1	6,6	132	13,2	3,5	64	14,3	9,5	142	14,4	8,1	115	
5	7.5.41	8,9	7,1	142	9,3	4,55	91	13,8	5,1	95	14,7	4,6	81	14,8	7,0	133	
Mittelwerte			7,4	148		6,0	120		4,8	88		8,1	124		8,1	129	

C = Wälegasgeschwindigkeit in den Gassen

Ka = Wärmedurchgangszahl, bezogen auf Haarnadelaußenfläche

Ki = " " " " Haarnadelinnenfläche

Anlage 1 a
Temperatur-Bild der Kohle-Kammer 5 Schmelzen v. 7.5.41.

Durchsatz/Anreibestl	25 + 1				
Gas über Regeneration	28 000				
Auftreiber	11,6				
Ausgangsgas	30 000				
Breigase	2 000				
Wärmerwert:					
" Rückweg	9 260				
" Vorh. Breigase	18 040				
" Breiteil	660				
" Gemischteil	13 620				
" "	22 880				
Regeneration					
Temperaturbild	273 ← 437				
	54 → 382				
Temp. Differenz	191				
Fläche	228				
K-Wert	149				
Wärmeleistung eff	5 040				
Vorheizler					
Temperaturbild	Breigase	Breiteil	Gemischteil	Gemischteil	Gashaarnadel
	420 ← 429 K	429 K ← 463 K	463 → 523 K	523 K ← 575 K	575 K ← 586 K
Temp. Differenz	54 → 360	263	292 K ← 352	402 ← 352	410 ← 382
Zahl der Haarnadeln	178	4	171	166	184
Augenfläche der Haarnadeln	160	640	1 570	8	1
K _a Wert	7,1	4,55	5,3	1410	200
K ₁ -Wert	142	91	95	81	720
Wärmeleistung eff	202	764	1373	1144	135
Wärmeleistung eff	10,3 Gal/h		73 000		259
Wärmeleistung eff	5,6	5,6	4,08	4,08	4,08
Freier Querschnitt	8,9	9,3	13,8	14,7	14,8
Wärmeabschirmfähigkeit					
Heizgas	m ³ /h				
Zugeführte Wärme	Cal/h				
Effektiv übertragene Wärme	Cal/h	1290	4 700	0,92 =	5 580 000
Wirkungsgrad des Vorheizlers	%				3 742 000
					67

X) Berechnete Temperaturen

640

Anlage 2

Verbesserung der Wärmedurchgangszahl durch Einbau von Verdrängern (Kohle-Kammer-Schloten)

	kalte Gasse	mittl. Gasse	heiße Gasse
NW der Haarnadeln m/m	90/127	120/171	120/171
α K _a -Wert $Cal/°C, h, m^2$	6,0	4,8	8,1
α K _i -Wert "	120	88	124
α α ohne Verdränger "		~ 200	
$\frac{1}{K_i}$ ✓	0,00 833	0,01 112	0,00 806
$\frac{r_i}{r_a} \text{ lu } \frac{r_a}{r_i}$	0,00 052	0,00 071	0,00 071
$\frac{r_i}{r_a} \frac{1}{\alpha_a}$ ✓	0,00 354	0,00 350	0,00 350
$\frac{1}{K_i}$	0,00 427	0,00 691	0,00 385
$\frac{1}{K_i}$	234	145	260
Vergrößerung der Wälzgasgeschwindigkeit durch Einbau v. Verdränger %		~ 65	
α mit Verdränger $Cal/°C, h, m^2$		$200 \cdot 1,65 \cdot 0,75 = 290$?
$\frac{r_i}{r_a} \frac{1}{\alpha_a}$	0,00 244	0,00 241	0,00 241
$\frac{1}{K_i}$	0,00 723	0,01 003	0,00 697
K _i -Wert $Cal/°C, h, m^2$	138	99	143
α -Wert "	6,9	5,4	9,2
Verbesserung des K-Wertes d. Einbau von Verdrängern %	15	12,5	15,3
Geschwindigk. ohne Verdr. m/sec		~ 14	
l. d. Gassen) mit " "		~ 23	
Widerstd. einer) oh. Verdr. $m/m WS$		~ 3	
Haarnadel) mit " "		~ 8,5	



α_1
 α_2

641

T-238

Zum Brief vom _____

an _____

Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz v. 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt, zu Zwecken des Wettbewerbs verwertet oder an dritte Personen mitgeteilt werden.

(Gesetz vom 7. 8. 1909 § 16). Siehe auch DIN 84.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
LUDWIGSHAFEN a. Rh.

642

Zugehörige Zeichnungen

Zchg. Nr.

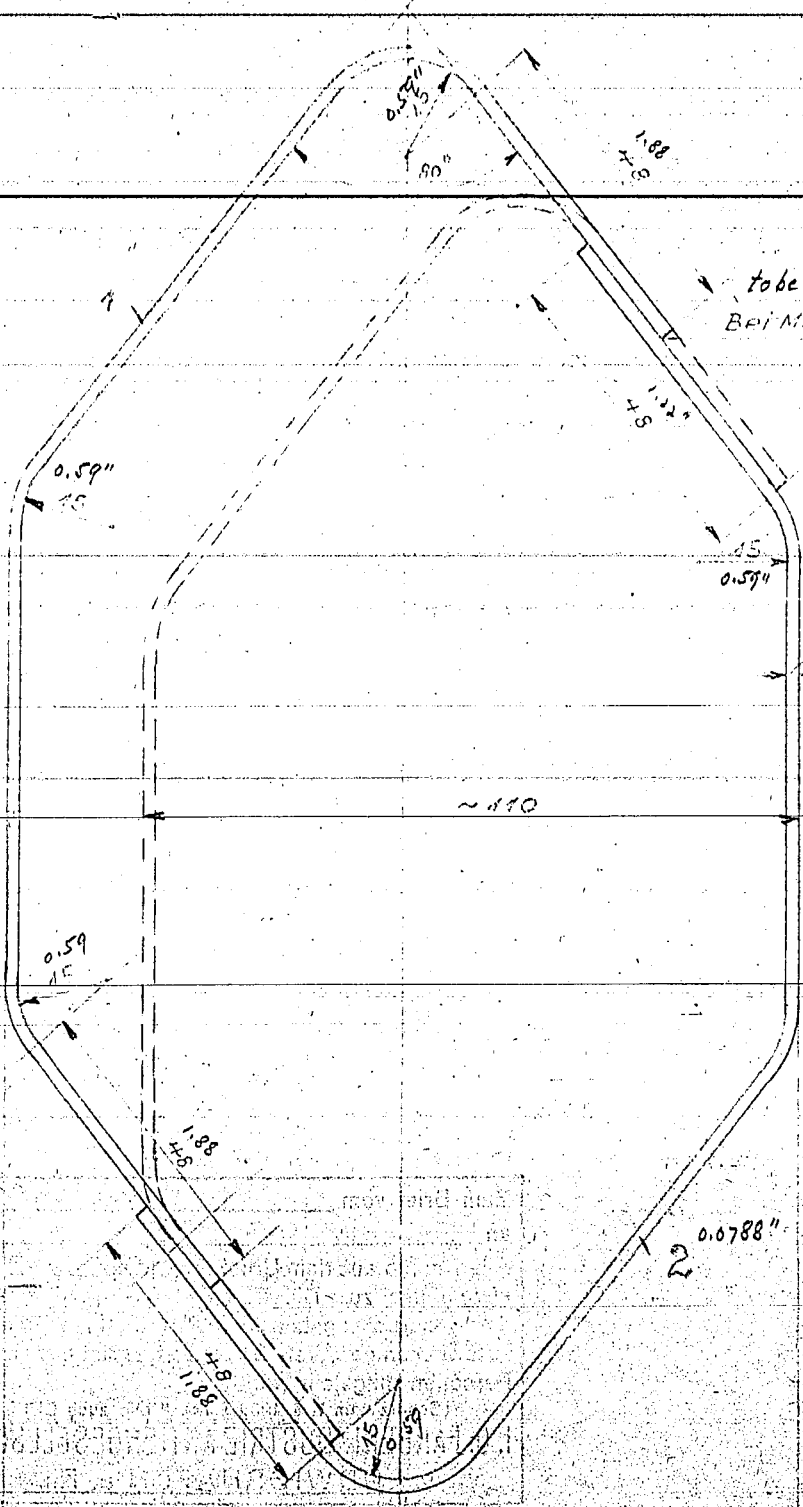
number of pieces

Stückzahl	Benennung name of piece	Teil	Werkstoff	Lager Nr. Modell Nr.	Gewicht	Bemerkung
1	Verdränger, verdrängend	section	material			
1	deflector half "	2	"			

Length of deflector. abt. 1000mm

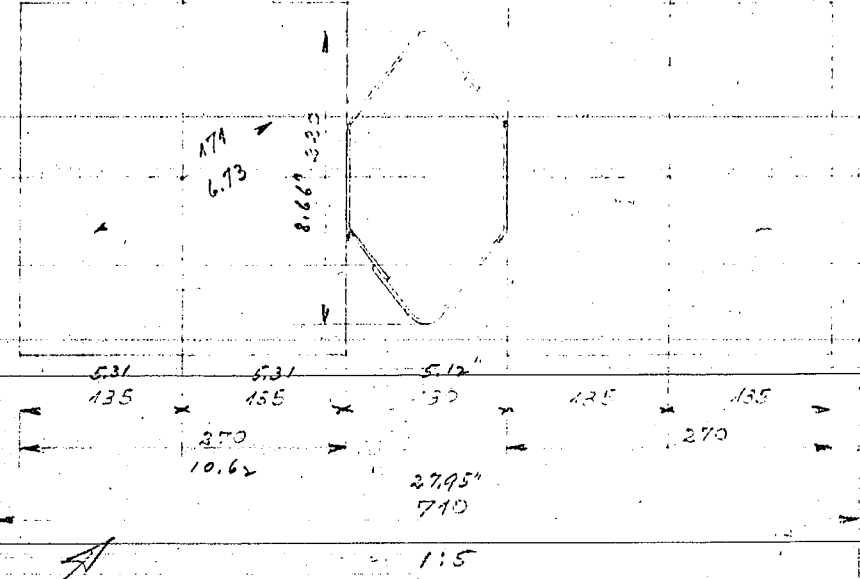
Länge Verdränger ~ 1000

T-238



to be welded during mounting
Bei Montage punktschweißen

to be fastened during mounting



make 1/2 size

make same size

1:1

Aenderungen

Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck atü	Probedruck atü
gezeichnet	Tag	Name	
geprüft	15.1.78	[Signature]	
normgepr.			
Maßstäbe:	I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein		N 4058 - 8
Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz vom 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt, zu Zwecken des Wettbewerbs verwendet oder an dritte Personen mitgeteilt werden. (Gesetz vom 7. 6. 1909 §. 18.) Siehe auch DIN 34.			Ersatz für Ersetzt durch

TEMPERATURE DIAGRAM OF YOUR COAL STALLS

From Dr. M. Pier's private paper.

Hydrogenation Works Scholven, A.G.
Gelsenkirchen - Buer

High Pressure Experiments
P/Leuna, May 26, 1941

We are transmitting to you in our appendix the pyrometric evaluation of your coal stalls 1, 2, 3 and 5.

App. I is a summary of the K values of the individual passes, subdivided for the two methods into

- a) without gas supply to the paste,
- b) with gas supply to the paste.

We confirm the observation already made by you:

1) The K value of the paste part is about 1/3 lower when operating with no paste gas.

2) While the amount of gases in the mixed part (intermediate + hot path) is always the same, there is nevertheless a lowering of the K values of about 10% for both paths.

App. Ia shows an example of a computation: The measured feed temperatures, the inlet and outlet temperatures of the circulating gases are here retained; the circulating gas intermediate temperatures were computed from the heat balance. The other method, to keep all the measured circulating gas temperature values, gives the same qualitative results.

Results on the efficacy of the deflectors, installed in the hairpins to increase the velocity of the circulating gas have been calculated in App. II from the above results; a sketch of such deflectors is shown in App. III.

This installation permits raising the K value by 15% on the average. Deflectors can, however, not be built in the hot pass because of the tube wall temperature.

The improvement in the K value is of course a result of increasing the resistance to the circulation gas and the resistance of a hairpin is raised by the deflectors from 3 to about 8.5 mm water column, i.e. the installation of deflectors in a pass increases the resistance of this pass, and therefore of the whole preheater by about 30 mm water column. The circulation gas blowers are laid out for 300 mm water column, and 22 hairpins of one preheater

642a

~~offer at most 70 mm of that resistance, and economic considerations permitted an increase in the useful resistance.~~

We suggest therefore to equip at present only the cold pass of the preheater. These deflectors bring you the advantage of one additional hairpin, because they permit an increase of 1 te/hour thruput or a 7° lowering of the circulation gas temperature.

I.G. Farbenindustrie A.G.

by /s/ undecipherable

6422

-3-
Appendix I.

T-238

Stall #	Date	Paste gas hairpin		Paste part		Mixed Intern: K1	part pass hot pass		Hairpin						
		Ka	Ki	C	K1		C	K1	C	K1	C	K1			
		m/sec		m/sec			m/sec		m/sec						
a) With no paste gas															
1	5/7/40			9.4	2.35	47	13.7	3.8	70	15.1	7.3	121	15.2	5.4	102
2	4/14/40			12.6	4.05	81	13.9	5.4	99	14.9	6.2	100			
2	3/15/40			11.8	4.8	96	13.3	5.7	105	14.0	4.3	70			
2	3/1/40			11.5	3.55	73	13.0	6.2	116	13.8	4.05	65			
2	5/1/40			12.4	4.6	92	13.7	5.4	99	14.7	6.2	100			
Average values															
				3.9		75		5.2	88		5.6	91		5.4	102
b) With paste gas															
3	9/17/40			9.5	7.0	140	11.1	4.4	80	12.1	9.3	141	12.2	9.1	139
3	5/1/40			11.3	5.7	114	14.2	5.2	112	14.3	8.9	134			
3	2/11/40			11.3	6.6	122	13.2	3.6	94	14.3	9.5	142	14.4	8.2	115
5	5/7/41			8.9	4.55	51	13.5	9.1	95	14.7	4.5	53	14.8	7.0	133
Average values															
				7.4	6.0	120		4.3	83		6.1	124		8.1	129

Remarks: C = velocity of circulating gas in the passes
 Ka = Heat transfer number, referred to the outer hairpin surface
 Ki = Heat transfer number, referred to the inner hairpin surface

642c

Improving the heat transfer number by the installation of Deflectors (Coal Stall Scholven).

	Cold Pass	Inter. pass	Hot pass
Clear width of hairpins, mm	90/127	120/171	120/171
Ka values	kcal/°C, h, m ² 6.0	4.8	3.1
Ki values	120	88	124
(?) with no deflectors	"	abt. 200	
$\frac{1}{\bar{K}i}$ (?)	0.00833 0.00052	0.01112 0.00071	0.00806 0.00071
$\frac{r1}{ra} \times \frac{1}{(?)}$	0.00354	0.00350	0.00350
(?) (?)	0.00427 234	0.00691 145	0.00385 260

Percent increase of circulating gas velocity through installation of deflectors about 65

(?) with deflectors, kcal/°C, h, m² (?) = 290

$\frac{r1}{ra} \times \frac{1}{\sigma_n}$	0.00244	0.00241	0.00241
$\frac{1}{\bar{K}i}$	0.00723	0.01003	0.00697
Ki value, kcal/°C, h, m ²	138	99	143
Ka value	5.9	5.4	9.2
Increase in K value through installation of deflectors, %	15	12.5	15.3

Velocity in the passes, with no deflect. abt. 14 m/sec
with deflectors " 23 "

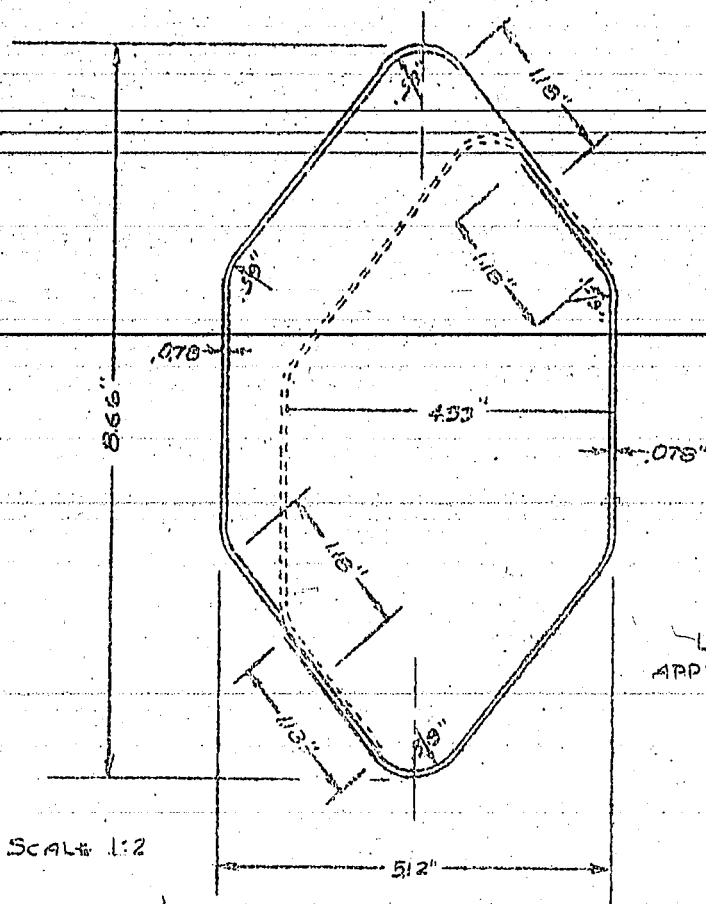
Resistance of 1 hairpin, no deflect., mm water " 3
" " " " with " " " " 8.5

Translator's note. The ditto sheet of the original contains errors and poorly printed areas. Efforts to explain them have proven unsuccessful, and they have been indicated by (?).

W. M. Sternberg

642e

T-238

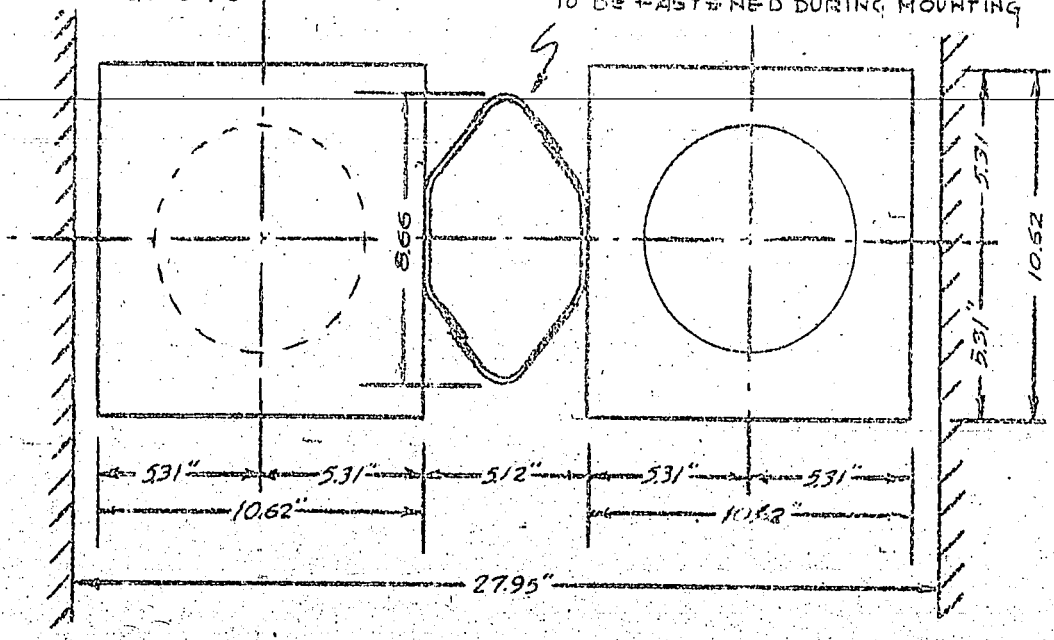


LENGTH OF DEFLECTOR
APPROX. 1000 mm.

SCALE 1:2

SCALE 1:5

TO BE FASTENED DURING MOUNTING



642 f

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Hochdruckversuche

1941
Tag

II.
Blatt

Bitte für Hochdruckversuche von Vorrichtungen die
die Angabe der Vorwählvor-Abschreibetemperatur mit größerer Sicher-
heit beurteilen und vorzuziehen zu können, bitten wir Sie, die be-
liegende Tabelle neu ausgefüllt zurückzusenden.

Um bei dieser Gelegenheit gleichzeitig auch über die
höchste Ofentemperatur unterrichtet zu werden, Sie für die Fall-
des Materials der Steigleitungen vorhanden ist, sind all-
gemein in der Tabelle eingetragen.

Hell Eickhoff

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Aktennotiz.

T-242

Erfahrungsaustausch.

Betr. Temperaturmessung des Vorheizerausgangs.

In der Anlage erhalten Sie die Auswertung der seinerzeitigen Rundfrage in Form einer Zusammenstellung.

Da Brabag die Angaben als "vertraulich" behandelt wissen will, wird man die einzelnen Angaben nicht jedem Werke zugänglich machen können, wiewohl das Ergebnis nur in der Gesamtbetrachtung interessant ist:

1) Die Korrekturen schwanken zwischen -15° (Leuna) und $+18^{\circ}$ (Stettin).

2) Durch Anbringung der Temperatur-Korrekturen erhält man sowohl für die einzelnen Kammern eines Werkes gleichmäßigere Eintrittstemperaturen,

z.B. Stettin Teerkammern

unkorrigiert	430 - 448
korrigiert	448 - 451

als auch fallen die Temperaturen gleichwertiger Kammern einzelner Werke zusammen, z.B.

Teerkammern Stettin	mittl. Temp.	450 ^o C
" Brabag	" "	454 ^o C

Die Messungen Gelsenberg machen insofern eine Ausnahme, als bei einer Korrektur von 20 die wirklichen Eintrittstemperaturen trotzdem stark von einander abweichen 409 - 432^oC. Immerhin bedeutet die höhere Eingangstemperatur (432^o) für die Vorheizter eine sehr starke Belastung, wie die angegebenen sicher ausgeführten Durchsätze auch zeigen:

3 fach Kammer	Eintr. Temp.	432	Durchsatz	21 to
" "	" "	416	" "	25 "
4 "	" "	423	" "	28 "
" "	" "	409	" "	32 "

Vielleicht findet sich eine Erklärung dieser Unterschiede in der Rückströmung, wobei dann die Rückströmung der 4 fach Kammer größer wäre.

3) In Ofen I findet bekanntlich eine Rückströmung statt, welche die Vorheizeraustrittstemperatur (El. 44) beeinflusst, in dem Sinne, dass bei stärkerer Rückströmung diese Temperatur gesenkt werden, also der Vorheizter entlastet werden kann. Darnach dürfte die stärkste Rückströmung bei den Scholvenzer Kohlekammern gegeben sein, was evtl. mit dem Kontakt (Chlor) zusammenhängen dürfte.

Die Höhe der Eintrittstemperatur (El. 44) ist für die max. mögliche Menge der Kaltbrei- (bzw. Teer)-Einspritzung zwischen Ofen I und II massgebend.

4) Die analogen Werte für die Gasphase haben keine ähnliche Bedeutung sondern sind nur für den eigentlichen Vorheizter von Belang.

Ausserdem steigt die Eintrittstemperatur in den Öfen meist mit dem Alter des Kontaktes.

Zusammenfassung

Die Auswertung zeigt interessante Ergebnisse, die jedoch nur in der Gesamtbetrachtung wertvoll sind.

Es empfiehlt sich, bei der Beantwortung jedes Werk individuell zu behandeln.

Das abweichende Verhalten der Leunaer Sumpfkammern wird bei nächster Gelegenheit in Leuna besprochen.

From Dr. Pier's
private files.

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

TL-242

Discussions between Leuna, Scholven,
Gelsenberg, Pflitz, Welheim, Drabag,
Rheinbraun, Lützkendorf, Oberschlesien,
and Brück

High Pressure Experiments
P/Leuna 558

Ludwigshafen a. Rh.
April 1, 1941.

TEMPERATURE MEASUREMENTS AT THE PREHEATER OUTLET.

I. In general, measurements of temperatures are important for the calculation of the heat efficiency and of the K value of a gas heated preheater. The most important temperature is, however, the outlet preheater temperature (in most cases designated as El. 44). This measurement is difficult, because pressure-resistant thermocouples have for several reasons been discarded and we are in most cases forced to use tied on, welded on or even thermocouples stuck into bore holes for measurements. Their temperature indications are in most cases 5 to 15° C too low, depending on the way they are connected, and on the insulation. In this temperature range, 10° already make a large difference in the dimensions of a preheater.

The errors of these locations of measurement can however be rather closely established by comparing the readings of this thermocouple (El. 44) with those of the first converter thermocouple, e.g. with the average of three couples (such a comparison with the average of three equivalent thermocouples takes into consideration, the error of determination of El. 44), and namely immediately before injection, i.e. at a relatively high temperature, e.g. at 17 mv. No heat of the reaction is here as yet present, and the difference in reading of the preheater outlet couple (El. 44) against the reading of the first converter couple indicates the error in measurement to be considered when evaluating the readings of El. 44.

In order to permit us to judge and evaluate this important information of the preheater outlet temperature in the construction of new preheaters we ask you to fill out the adjoining table and to return it to us.

A special column is provided in the table to furnish us at this opportunity the highest converter temperature, the knowledge of which is essential in the selection of the material for the riser pipe line.

signature (illegible)

646a

Temperature Measurement of the Preheater Outlet.

Example:

Stall	Liquid phase stall
No.	2
Pressure, at.	700
number and sizes of converters	38 18 m. long 18 15 m. long all 1000 mm diameter
Total volume of converters	39 m ³
Nature and method of installation of El. 44	welded, insulated with mats

Before injection:

Preheater load	m ³ /h	20,000
	t/h	20 pasting oil

Average of thermocouples 1, 2 and 3 of the converter I	343°C
--	-------

Temper., El. 44	535°C
Correct., El. 44	+13°C

After injection, permanent.

Preheater load	m ³ /h	35,000
	t/h	35

Temper. El. 44	411°C
----------------	-------

Correct. temp. el. 44	424°C
-----------------------	-------

Maximum converter temp. 475°C in converter III

Outlet temperature from last convert. or hot catchpot. 459°C

646 R

II.

High pressure Experiments
Leuna 558

April 17, 1942. Scha/Le

Table at the end gives a summary of replies to our questionnaire.

Brabag wishes to have their replies considered as confidential, and their reply has not been made accessible to all the works, regardless of the interest their results offer for general consideration.

- 1). Corrections varied between -15° (Leuna) and -18° (Stettin).
- 2). The introduction of temperature corrections produces uniform intake temperatures for the individual stalls of the works,

e.g., Stettin Tar stall, uncorrected	430	448
corrected	443	451

and moreover, the temperatures of stalls of the same kind at the different works become alike, e.g.

Tar stall, Stettin, avr. temp.	450 ^o
Tar stall, Brabag, avr. temp.	454 ^o

Gelsenberg measurements form an exception, in that the true intake temperatures vary very much after a correction of 10° , namely, $409 - 432^{\circ}$. The high intake temperature represents a very large load of the preheater, as may be seen from the actual thruputs:

3 converter stall, intake temperature	432	thruput	21 t.
3 converter stall, intake temperature	416	thruput	25 t.
4 " " " "	423	"	28 "
4 " " " "	409	"	32 "

An explanation of the differences may possibly be found in the return flow, with a large return flow in the 4 converter stalls.

- 3). There is a return flow in converter I, which affects the preheater outlet temperature (El. 44), in lowering this temperature when the return flow is increased, i.e. the load on the preheater is reduced. Accordingly, the larger amount of return flow in Scholven is thus indicated, and this might be connected with the catalyst (chlorine).

The height of the intake temperature (El. 44) is indicative of the maximum permissible amount of cold paste (or tar) injection between converters I and II.

646c

4) Analogous values for the vapor phase have no similar significance, and are important only for the preheater proper. Moreover, the intake temperature of the converters mostly rises with the age of the catalyst.

Summary.

The results of the evaluation are interesting, but are of value only for general considerations.

It is recommended to treat each work separately when replying.

The variations in the behavior of the Leuna liquid phase still will be discussed in Leuna at the first opportunity.

W. M. Sternberg

676 d

Zurück an

Vorzimmer-Dir. Dr. Pier

Plant Plant

Liquid Phase #116

Genauigkeit der Hochdruck-Rohbilanzen

an 10-Ltr.-Ofen.

T-294

Translated.

Zusammenfassung.

Ein Teil der unkorrigierten Rohbilanzen, die beim Fahren der Kohle 1197 auf Benzol und Mittelöl¹⁾ im 10-Ltr.-Ofen erhalten wurden, stimmte nicht in dem an sich gewünschten Masse. Dies wurde zum Anlass dazu genommen, einmal allgemein die Fehlermöglichkeiten der Messungen im Hinblick auf den Einfluss auf die Rohbilanz durchzusehen und dabei wenn möglich Wege zur Erhöhung der Genauigkeit aufzufinden. Zur Zeit beträgt die Streuung der Rohbilanzendwerte normalerweise bis zu $\pm 8\%$, was in Anbetracht der Betriebsbedingungen und der geringen Mengen der umgesetzten Substanzen als befriedigend anzusehen ist. Die Untersuchung ergab im Wesentlichen folgendes:

- 1) Hauptanteil an der Streuung haben Unregelmäßigkeiten bei der Wägung des stündlichen Anfalls. Diese sollen - zunächst versuchsweise - durch Verwendung von Sammelgefässen mit Standrohrablasung weitgehend vermindert werden.
- 2) Die als Feuchtigkeit der Abgase entweichende Abwassermenge kann bis zu 1 % der Rohbilanzensumme betragen. Hieraus erklären sich die Schwankungen der fast stets zu niedrig bestimmten Wassereubildung. Die zweckmässigste Kontrollmöglichkeit ist die Elementarbilanz, die möglichst in jeder Versuchsreihe einmal genommen werden soll.
- 3) Zwischen den nach Podbielniak und nach Stock bestimmten Gasbenzinmengen bestehen Unterschiede bis zu 1 % der Rohbilanzensumme, deren Aufklärung in Angriff genommen ist.

1) Zusammenstellung in Arbeit.

Prüfung der einzelnen Bilanzposten.

Die Hochdruck-Rohbilanz am 10 Ltr.-Ofen hat folgenden Aufbau:

- | | |
|--|------------------------------------|
| a) Kohlebrei | e) Abstreifer gashaltig und feucht |
| b) Ölepfüllungen | f) Abschläm |
| c) Wassereinspritzung | g) Abwasser |
| d) - H ₂ -Verbrauch (gerechnet) | h) Abgas |

Gesamteingang

Gesamtausgang

Zu a) - c). Einflussposten.

Die eingehenden Brei- und Spülmengen werden durch Auswertung der Hydrestreifen der Ansauggefäße bestimmt. Die Zahlen müssen im allgemeinen als richtig hingenommen werden. Gelegentlich Nachrechnungen haben zwar gute Übereinstimmung mit den früher verwendeten Umrechnungswerten ergeben, indessen treten doch recht häufig Unregelmäßigkeiten, z. B. durch Festkleben von Massen am Rührer der Breiansauggefäße auf, sodass deren Eichung nicht häufig genug kontrolliert werden kann. Pumpenverluste durch Undichtigkeit der Stopfbüchsenpackungen treten selten auf; ihre Höhe muss gegebenenfalls geschätzt werden.

Zu d) Der Wasserstoffverbrauch wird anhand von folgenden Durchschnittszahlen errechnet, die in früheren Grossversuchen zur Steinkohlehydrierung erhalten worden sind:

g Verbrauch/kg Produkt

Benzin	90
Mittelöl	55
Schweröl	35
gasförmige KW.	180

Die so errechneten Verbräuche wurden mit den aus den Elementarbilanzen ermittelten verglichen und zeigte mit diesen recht gute Übereinstimmung. Im Mittel

liegen sie um 3,3 % zu niedrig. Der H_2 -Verbrauch macht 2,7 - 3,2 %, im Mittel 3,0 % des Gesamteingangs (in g) aus, sodass die Eingangsseite der Rohbilanzen um durchschnittlich 0,1 % zu erhöhen wäre. Die Genauigkeit ist also bei diesen Posten durchaus ausreichend. Wie weit die Rechnungsunterlagen beim Fahren auf Schwefelüberschuss zu ändern wären, muss noch anhand umfangreicher Unterlagen untersucht werden.

Ausgangsposten:

Zu e - g)

Die häufigsten Unstimmigkeiten entstehen bei der Bestimmung des flüssigen Anfalls, der durch stündliche Wägung erfasst wird. Abgesehen davon, dass die Waagen infolge des ziemlich rauen Betriebes gelegentlich nicht in Ordnung sind, sodass sie in regelmäßigen Zeitabständen nachgesehen werden müssen, sind Verluste beim Abfüllen und Wägefehler leider nicht allzu selten. In einzelnen Fällen, in denen diese Abweichungen mehr als ± 2 % der Rohbilanz ausmachen, werden im allgemeinen Berichtigungen entsprechend dem Anfall der Nachbarteage vorgenommen. Die geplante Verwendung geschlossener Produktsammelgefäße mit Stammmessung wird in dieser Hinsicht eine wesentliche Verbesserung der Genauigkeit mit sich bringen.

Zu g)

Nicht erfasst wird bisher der Teil des Abwassers, der als Feuchtigkeit der Abgase den Ofen verlässt. Der Vergleich der gemessenen Abwassermengen mit denen, die den Elementarbilanzen nach entstanden sein müssen, zeigt Fehlmengen bis zu 137 g/Std. auf. Allerdings ist hierbei zu berücksichtigen, dass in den Elementaranalysen der Sauerstoff als Differenz ermittelt wird, d.h. sämtliche Analysenfehler gehen in die O-Werte ein, wobei sie sich natürlich gegenseitig aufheben können. Die hierdurch verursachte Streuung der Abwassererrechnung macht erfahrungsgemäss im Durchschnitt etwa $\pm 0,4$ % der Rohbilanzensumme aus. Danach ist anzunehmen, dass die Abwasserfehlmengen bis in die Nähe von 1,0 % der Rohbilanzensumme steigen können. Sie

Ändern sich vermutlich vor allem mit der Temperatur der Entspannungsgase. Die Schwankungen der Wassern Neubildung in % der Reinkohle, die bei annähernd gleicher Fahrweise um etwa ± 1 % streut, werden damit zwanglos erklärt. Zu erwähnen ist hierbei allerdings, dass auch die Art der Kohlevorbereitung von erheblichem Einfluss auf die Wassern Neubildung sein kann, da gelegentlich eine erhebliche Anoxydierung der Kohle beobachtet wurde, die bei der Mahlung oder Trocknung erfolgt sein muss.

Zu 11)

Die Menge der Abgase (in g) setzt sich aus folgenden Komponenten zusammen:

- 1) Gasbenzin,
- 2) gasförmige KW,
- 3) CO, CO₂, NH₃ und H₂S.

Die Menge des in den Abgasen mitgeführten sog. Gasbensins wird normalerweise nach Podbielniak bestimmt. Ein Vergleich mit den Stockanalysen zeigt recht schlechte Übereinstimmung. Unterstellt man die Werte der an sich wohl genaueren Stockanalysen als richtig, so wurde in 5 von 6 Fällen durch die Podbielniak-Bestimmung nur ein Teil des Gasbensins, im Mittel nur 50 %, erfasst. Nachprüfungen neuerer Werte haben ähnliche Abweichungen aufgezeigt. Vor allem im Ofengas, das 60 - 70 % des Gasbensins enthält, wurden viel geringere Mengen nach Podbielniak gefunden. Diese Unstimmigkeit, deren Bedeutung bisher für gering gehalten wurde, kann immerhin die Ausgangssumme der Rohbilanz um 1 % vermindern. Die Aufklärung der Abweichungen ist von Herrn Dr. Meier in Angriff genommen.

Es wurde bei dieser Gelegenheit untersucht, ob es zulässig ist, mit einem C-Gehalt des Gasbensins von 83,4 % wie bisher zur Ermittlung der Vergasung zu rechnen. Tatsächlich besteht das Gasbenzin aus K 119' nicht nur aus Pentan, sondern enthält laut Stockanalyse durchschnittlich rd. 15 % C₆-KW und da-

dabei 83,3 % O. Die Übereinstimmung ist also durchaus genügend, da die Vergasung sich unter Zugrundelegen des Wertes 83,6 % um weniger als 0,1 % ändern würde.

Die gasförmigen Kohlenwasserstoffe wurden in den Bilanzen aus dem C-Gehalt der in den Abgasen erhaltenen Kohlenwasserstoffe nach Abzug des C in Gasbenzin errechnet unter der Annahme, dass sie im Mittel 79,0 % Kohlenstoff enthalten. Der laut Stockanalysen hier vorhandene C-Gehalt betrug 79,6 %. Dadurch, dass in der technischen Analyse häufig etwas weniger gasförmige Kohlenwasserstoffe gefunden werden, ergibt sich ein Ausgleich, der den Einfluss der befundenen Abweichung auf die Rohbilanz so verringert, dass sie vernachlässigt werden kann. Für die Vergasung wären die Unterschiede in den Werten für das als Kohlenwasserstoff vergaste C allerdings von recht erheblicher Bedeutung. Im Durchschnitt waren in der hier geprüften Versuchszeit die Werte der Stockanalysen 5 % höher (von Anzeigergebnissen abgesehen). Das würde einer Erhöhung der Vergasung von etwa 0,9 % (bezogen auf Ülgewinn + Vergasung) entsprechen! Da indessen die aus den technischen Analysen errechneten Gasdichten mit den gemessenen Dichtewerten besser übereinstimmen, in der Regel sogar meist schon etwas höher liegen als die Messwerte, ist wohl eher die Zuverlässigkeit der technischen Gasanalysen ausreichende Grundlage der Vergasungsberechnung anzusprechen. Der an sich geringe Gehalt des Ofengases an gasförmigen Kohlenwasserstoffen erschwert es sehr, eine bessere Übereinstimmung der Analysemethoden zu erreichen.

Da sich aus der Nachprüfung der Fehlermöglichkeiten also gezeigt hat, dass häufig Abwasser, Gasbenzin und unter Umständen auch die gasförmigen Kohlenwasserstoffe zu niedrig bestimmt werden, ist bei Rohbilanzen von nur rd. 98 % Ausgang/Eingang die unbedingt eine Korrektur des Abtreifer- oder Abschlassanfalls angebracht. Eine Rohbilanz, die zu über 100 % aufgeht, ist

- 6 -
dagegen mit Sicherheit mit grösseren Fehlern behaftet.

Alle diese Fehlermöglichkeiten halten sich in recht engen Grenzen. Wenn man von leicht zu berichtigenden Anzeigern absieht, so wird man die Streuung der Rohbilanzsummen an 10-Ltr.-Öfen auf etwa $\pm 2\%$ schätzen können. Das bedeutet eine Genauigkeit, die bei der Kleinheit der umgesetzten Mengen nicht sehr viel höher getrieben werden kann.

Dass die Kohle- und Ölmenge der Rohbilanz im allgemeinen recht genau erfasst sind, ergibt sich auch daraus, dass die unkorrigierten C-Bilanzen meist sehr gut aufgehen.

gez Hupfer

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Plet

Über die Genauigkeit der unkorrigierten Elementarbilanzen
am 10 Ltr.-Ofen.

Die Elementarbilanzen zu den Versuchen am 10 Ltr.-Ofen werden als Gesamtbilanzen gerechnet, d.h. sie schließen die Rückstandsanf-
arbeitung ein. Dabei wird der Anfall an Schweißgas und Schwelwasser
entsprechend den Ergebnissen der Laborschmelze und Schwelwasser
berücksichtigt, dagegen werden die Destillation und die Schmelze
verlustfrei gerechnet, da sich die dortigen Verluste analytisch nicht
erfassen lassen.

Die bisher gerechneten 23 Elementarbilanzen wurden auf die Genau-
igkeit der unkorrigierten Werte hin geprüft. Über die Durchschnitts-
werte, die mittlere Streuung und die Extremwerte gibt nachstehende
kleine Tabelle Aufschluß. In die Prüfung wurden auch die Bilanzen ein-
bezogen, denen offenkundige, leicht zu eliminierende Bestimmungsfehler
zugrunde lagen.

Bilanzart	O	O	H	S
Aus / ein Mittelwert %	100,0	91,2	79,8	101,0
Mittlere Streuung %	$\pm 0,95$	$\pm 3,8$	$\pm 5,6$	$\pm 9,4$
Extremwerte %	95,3-105,9	76,7-116,3	52,8-103,4	61,6-148,0

Die Kohlenstoff- und die Schwefelbilanzen gehen somit im Durch-
schnitt zu rd. 100 % auf. Vom eingehenden Sauerstoff werden rd. 9 %
nicht erfaßt, die sich hauptsächlich als Feuchtigkeit der Abgasen der
Bestimmung entziehen. Vom Stickstoff gehen rd. 20 % verloren. Es ist
zu vermuten, daß sie gleichfalls zum größten Teil vom Ofengas als NH_3
fortgetragen werden. Die Primitivität der Gaswäsche am 10 Ltr.-Ofen
hat hierüber bisher genauere Feststellungen nicht ermöglicht.

Die Genauigkeit der Elementarbilanzen (s. mittlere Streuung)
nimmt erwartungsgemäß entsprechend dem Anteil des betreffenden Elementes
am Gesamtengang vom Kohlenstoff bis zum Schwefel ab.

Die Rohbilanzen (Hochdruckbilanzen) gehen im Durchschnitt zu
99,0 % mit einer Streuung von $\pm 1,5$ % auf. Eine größere Genauigkeit
ist am 10 Ltr.-Ofen mit normalen Mitteln nicht ersielbar.

gez. Hupfer
" v. Hartmann

2/10 278

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

TWO PAPERS ON THE ACCURACY OF HIGH PRESSURE
MATERIAL BALANCES IN TEN LITER CONVERTERS.

From Dr. Pier's files.

Jan. 8, 1942 Hu/Le

Summary

Some of the raw material balances obtained in the 5 liter converter operations 1197 for the production of middle oil and gasoline from coal did not agree as well as was desired. For this reason, the chance of errors of measurements affecting the raw material balance was investigated in hopes of finding means of raising the accuracy. At present, the scattering of the material balance values amounts to $\pm 2\%$ which must be considered as satisfactory in view of the conditions of operation and the small amounts of materials used. The investigations disclosed essentially the following:

- 1). In most of the scattered results, irregularities were found in the weighing of the hourly production. These may be overcome, at least provisionally, by the use of collectors with vertical tubular sights.
- 2). The off-water, which escapes with the gas as moisture, may affect the raw material balance up to 1%. This explains the variations in the almost always too low values for the water produced. The most effective means of checking it consists in an elementary balance, which must be performed as nearly as possible once in every series of experiments.
- 3). There exists up to 1% difference between the Podbielniak and vaporized gasoline high vacuum determinations, an explanation of which is being sought.

Study at the Different Accounting Centers.

The high pressure raw material balance in 10 liter converters is computed for the following subdivisions:

a) coal paste;	e) gas-containing and wet catch- pot
b) oil flushing	f) HOLD
c) Water injection	g) Off-water
d) H ₂ consumption (calculated)	h) off-gas
total intake	total output

653a

Notes, a) to c): Intake Accounting Posts.

The amounts of paste and flushing oil are estimated from the graduations on the suction container. The figures may in general be assumed to be correct. The occasional restandardization gave results in good agreement with the calculated values used previously, but irregularities have never the less been rather frequently observed, e.g. through sticking of the material to the mixer inside the paste storage tank, so that the calibration can not be sufficiently frequently controlled. Pump losses, resulting through bearing leaks are but infrequent; never the less that amount must be taken into account.

d) The consumption of hydrogen may be computed from the following average values, obtained previously in large scale coal hydrogenation:

	gH consumed/kg product
gasoline	90
middle oil	55
heavy oil	35
gaseous hydrocarbons	180

The consumptions calculated in this way was compared with that obtained from material balance and was in rather good agreement with it. They were 3.3% too low on the average. The hydrogen consumption amounts to 2.7 - 3.2%, or 3% on the average, of the total intake (in grams) and the intake side of the raw material balance should be increased 0.1% on the average. The accuracy at these places is therefore entirely satisfactory. It remains yet to be determined from the voluminous available material to what extent the accounting bases would have to be changed in processes for an excess of heavy oil.

Outlet accounting posts: e - g):

The determination of the liquid products found by hourly weighings must be blamed for the most frequent uncertainties. Disregarding the fact that scales are frequently inaccurate because of the rather rough treatment, and require recalibration at regular intervals, losses during the filling and errors in handling are unfortunately not rare. Occasionally, when these errors amount to over $\pm 2\%$ of the material balance, corrections are made on the strength of results from the preceding days. The intended use of closed collector containers for the products with level indicators would produce a valuable improvement in the accuracy.

g) The proportion of off-water, which leaves in the form of moisture of the off-gases, is not at present taken into consideration. A comparison of the measured amounts of off-water

with those which should be formed according to the elementary balance shows deficiencies of up to 137 g/hr. It must however be borne in mind that oxygen is determined by difference in the elementary balance, i.e. all the errors of analysis enter the values for oxygen, and may, of course, naturally become in part mutually compensated. The scattering of the off-water computations produced by them amounts, according to past experience, to $\pm 0.4\%$ of the total raw material balance. This causes us to assume, that the calculated values for the off-water would increase the total materials balance to an amount of 1.0%. Presumably they are most affected by the temperature of expanded gases. This will readily explain the variations in the formation of fresh water expressed in percent to the pure coal, which also are scattered in the same procedure by ± 1.0 . It must be mentioned here, however, that the nature of the preliminary treatment of the coal may affect considerably the new water formation through the additional oxidation of coal which has occasionally been observed and probably introduced during the grinding or drying.

h) The amount of off-gases (in g) is composed of the following:

- 1) vaporized gasoline
- 2) gaseous hydrocarbons
- 3) CO, CO₂, NH₃ and H₂S

The amount of vaporized gasoline in the off-gases is usually determined in a Podbielniak. A comparison with the high vacuum distillation method (Stockanalyse) shows the agreement to be rather poor. Were one to assume the results of the high vacuum analysis to be correct (and it probably is the more accurate method), one would find that in 5 cases out of 6 the Podbielniak analyses account for only one part of the vaporized gasoline, on the average about 50%. Podbielniak analysis indicates much less than the 60-70% vaporized gasoline actually present in the converter gas. This discrepancy, the significance of which has been underestimated in the past, may never-the-less reduce the amount of the total material balance by 1%. Dr. Meyer is now working on an explanation of the deviations.

In this connection, we investigated whether it was permissible to use 83.4% as the carbon content of the vaporized gasoline in the gasification. The vaporized gasoline from stall 1197 consists not only of pentane, but contains according to the high vacuum analysis results also around 15% C₆ hydrocarbons, and therefore 83.6% C. The agreement is entirely satisfactory, because with the assumption of 83.6% C the gasification would be changed by less than 0.1%.

The gaseous hydrocarbons were calculated in the balance from the C content of the hydrocarbons in the off-gases, after deducting the carbon in the vaporized gasoline, under the assumption of their containing on an average 79.0% C. The carbon content as determined from results of high vacuum analysis was 79.8%. The technical analysis frequently indicates somewhat less gaseous hydrocarbons,

which however will affect the material balance so little, that it can be disregarded. The differences in the carbon gasified as hydrocarbons would have a considerable importance for gasification. On the average in the time interval here tested the values from high vacuum distillation were 5% higher (disregarding entrainment). This would represent a 0.9% increase in the gasification (referred to oil production + gasification)! In general, the gas densities computed from the industrial analysis are in better agreement with the determined densities, and are as a rule somewhat higher than the measured values, and the results of technical analysis may be used as a basis for the computation of gasification. The small content of gaseous hydrocarbons in the converter gases makes it very difficult to find a better analytical method.

An investigation of the sources of errors has shown, that the determinations of off-water, vaporized gasoline, and occasionally of the gaseous hydrocarbons are too low, but that when only around 8% of the proportion intake: output is found in the raw material, a correction in the catchpot and HCLD output is not necessarily indicated. A material balance which adds up to over 100% is, on the other hand, necessarily burdened with larger errors.

All these sources of errors are usually kept within very narrow limits. Disregarding leaks, which can be readily corrected, one could estimate the uncertainties in the raw material balance to be around $\pm 2\%$ in a 10 liter converter. This represents an accuracy which could not be improved with the small amounts of reacted substances.

The amounts of coal and oil are usually rather accurate in the material balance which means, that the uncorrected C balance are mostly very good.

/s/ Kupfer

653d

May 18, 1942

THE ACCURACY OF THE UNCORRECTED ELEMENTARY BALANCE
IN 10 LITER CONVERTERS.

In the tests with the 10 liter converters, the elementary balances are computed as material balances, i.e. they include the working-up of the residues. The low temperature carbonization gas off-water are estimated from the results of the laboratory tests with Fischer retorts, while distillation and centrifuging are estimated loss-free, because the losses there cannot be determined analytically.

The accuracy of 23 uncorrected elementary balances so far calculated have been tested. The little table below gives information on the average values, the scattering and the extreme values. Balances used in this test were based on evident errors, which could be readily corrected.

Balance	C	O	N	S
Average values, %	100.0	91.2	79.8	101.0
Average scattering, % \pm	0.95	3.8	5.6	9.4
Extreme values, %	95.3-105.9	76.7-116.3	52.8-103.4	61.6-148.0

The carbon and sulfur balances add up therefore on the average to around 100%. Of the oxygen entering the reaction about 0.9% remains unrecorded, and escapes determination chiefly as moisture of the off-gases. About 20% of N is lost. It is assumed that it also leaves for the most part with the converter gas as NH_3 . The primitive gas scrubbing on a 10 liter unit has not so far permitted any more accurate determinations.

The accuracy of the elementary balances (v. average scattering) drops in proportion to the amount present of an element in the total input from C to S, as could be expected.

On the average, the raw material balance (high pressure balance) add up to 99% with a scattering of $\pm 1.5\%$. No greater accuracy can be expected with a 10 liter converter.

/s/ ⁿKupfer, V. Hartmann

653 e

I. G. Ludwigshafen

T-300
abstr.

Technische Versuchsgruppe

Lu 104 a

Modellmischversuche
mit Steinkohlebrei.

Liquid Phase" 117

Bericht Nr. 223

Ing. John II.

Modellmischversuche mit Steinkohlebrei.

1.) Allgemeines.

Im Gegensatz zur Hydrierung der Braunkohle ist es bei der Hydrierung der Steinkohle nicht ohne weiteres möglich, die während der Kondensation und Kühlung der aus dem Reaktionsraum austretenden Produkte frei werdenden und die Energiekosten maßgeblich beeinflussenden Wärmemengen in Wärmeaustauschern zum Aufheizen des dem Reaktionsraum zufließenden Kohlebreies wiederzugewinnen. Entscheidend für die Wärmereneration ist unter der Voraussetzung einer gleichmäßigen Zusammensetzung des aus der Mahlanlage kommenden Kohlenstaubes der Festgehalt des zufließenden Kohlebreies. Zu hoher Festgehalt des Kohlebreies führt durch ausserordentlich starke auch bei Rückkühlung bleibende Quellerscheinungen der Steinkohle in dem für die Regeneration fraglichen Temperaturgebiet leicht zur Verstopfung der Wärmeaustauscher. Für die Hydrierung der Steinkohle mit Wärmereneration sind daher zwei Breisorten erforderlich, Dickbrei und Dünnbrei, von denen nur der Dünnbrei über die Wärmeaustauscher geht.

Der Betrieb mit Wärmereneration arbeitet umso wirtschaftlicher, je höher der Festgehalt des Dünnbreies bei einer gegebenen Festkonzentration des Gesamtbreies ist. Die für dieses Verfahren günstigsten Betriebsbedingungen werden somit erreicht, wenn die beiden im Niederdruckteil hergestellten Breisorten, den Breipressen mit einer möglichst gleichmäßigen und der mit Rücksicht auf die Wärmeaustauscher und Vorheizer höchst zulässigen Festkonzentration zugeführt werden. Festeschwankungen vor allem im Kohledünnbrei müssen sich auf die Produktionsleistung der Gesamtanlage nachteilig auswirken; denn die nach oben auftretenden Konzentrationsspitzen dürfen aus Sicherheitsgründen wegen der steten Verstopfungsgefahr der Wärmeaustauscher den für diese höchstzulässigen Festgehalt nicht übersteigen, so dass der aus den Schwankungen resultierende Festgehalt unter dem erstrebten Höchstwert liegt. Ähnlich lagen die Verhältnisse in Stettin, wo die Wärmereneration von Steinkohlebrei erstmalig im Großbetrieb durchgeführt wird. Die in Stettin eingebaute Mischanlage lieferte einen Dünnbrei, dessen Festgehalt bei einzelnen Probemessungen an den Breipressen um mehr als plus 2 % und minus 4 % um den eingestellten Sollwert schwankte.

Herr Direktor Dr. Pier, Hochdruckversuche Lu, hat daher zur Beseitigung dieses die Gesamtanlage belastenden Mißstandes gemeinsam mit Stettin die Technische Versuchsgruppe Lu mit der Aufgabe betraut, die Stettiner Dünnbreimischanlage auf ihre Mischwirkung zu untersuchen und auf Grund der Untersuchungsergebnisse Vorschläge auszuarbeiten, dass bei der durch die angeschlossenen Hydrierkammern vorgeschriebenen höchsten Durchsatzleistung ein Dünnbrei erhalten wird, dessen Festgehalt dem höchstzulässigen entspricht und praktisch konstant bleibt.

2.) Bisheriges Mischverfahren (Abb. 1).

Das bisher in Stettin für die Dünnbreiherstellung angewandte Verfahren ist folgendes:

Der mit einer stets gleichmässigen Festkonzentration aus den Konzentrationmühlen kommende Kohlediöckbrei wird zunächst in einem grösseren Rührbehälter gestapelt und anschliessend mittels Simplexpumpe über einen Eckardtmesser in eine nach Art der Wasserstrahlpumpen gebaute Mischdüse gedrückt, wo er mit dem ebenfalls über einen Eckardtmesser kommenden Anreibeeol zu Dünnbrei gemischt und in ein mit Gitterrührer ausgerüstetes Rühr- und Stapelgefäss von 70 m^3 Inhalt weitergeleitet wird. Von hier aus wird der fertige Dünnbrei nach den Pressen gepumpt. Mit dem Behälter selbst sollten kleine Festeschwankungen des Dünnbreies durch die Rührvorrichtung und kleinere Betriebsstörungen durch das Fassungsvermögen ausgeglichen werden.

Auf Grund der Betriebsverhältnisse und Apparateabmessungen von uns durchgeführte Berechnungen haben ergeben, dass die in der Mischdüse erzeugte Strömung noch weit im laminaren Gebiet lag, mit der Mischdüse also keine homogene Mischung, sondern höchstens eine strähnige Vermengung beider Komponenten zu erhalten war. Die zur Kennzeichnung der Strömungsverhältnisse im Rührwerk ermittelte, auf den Rührerdurchmesser bezogene Reynolds'sche Kennzahl deutet zwar mit dem beachtlichen Wert von 15000 auf eine kräftige turbulente Mischwirkung in der Nähe der Rührerkanten hin. Durch die Bauart des Rührers wird in dem Behälter jedoch nur eine vornehmlich rotierende Horizontalströmung mit sehr schwacher Vertikalkomponente erzeugt und der Behälterinhalt in Kreisbewegung versetzt, ohne die in der Nähe der Rührerkanten zweifelsfrei vorhandenen Mischzonen laufend zu durchströmen. Die gewünschte Mischwirkung blieb dadurch aus.

3.) Vorgesehene Aenderung des Verfahrens (Abb. 2).

Von den verschiedensten zur Frage stehenden Vorschlägen wurde von uns unter Beachtung der Stoffwerte von Dickbrei und Anreibeol als mischtechnisch am erfolgversprechendsten und praktisch leicht durchführbar vorgesehen, die ohnehin wirkungslose Mischdüse durch einen mechanischen Intensivmischer zu ersetzen. An diesem durch seine Einfachheit gekennzeichneten Vorschlag ist mit Rücksicht auf die Dringlichkeit der vorzunehmenden Aenderung des Mischverfahrens und der jetzigen langen Lieferzeiten bei Fremdlieferungen als beachtlicher zusätzlicher Vorteil hervorzuheben, dass die zur Verwirklichung des Vorschlages erforderlichen Apparate- und Maschinenteile mit den zur Verfügung stehenden Mitteln in kurzer Zeit selbst angefertigt und aufgestellt werden können.

Verfahrenstechnisch wäre es wohl noch einfacher gewesen, die Mischwirkung des grossen Rührbehälters durch den Einbau einer anderen Rührerart genügend zu erhöhen. Im Gegensatz zu dem dicht am Gefässboden laufenden Gitterrührer müssten jedoch alle anderen zur Steigerung der Mischwirkung in Frage kommenden Rührer aus strömungstechnischen Gründen in einem grösseren Abstand über dem Gefässboden eingebaut werden. Ausserdem dürfte bei diesen Rührern, wenn eine gleichbleibende Mischwirkung gewährleistet werden soll, die Behälterfüllung nicht unter eine bestimmte Höhe absinken. Da der Behälter aber nicht nur mischen, sondern mit seinem grossen Fassungsvermögen auch als Puffergefäss kleinere Betriebsstörungen überbrücken soll, ist die Möglichkeit nicht ausgeschlossen, dass im ungünstigsten Falle, die im Behälter verbleibende Füllhöhe kleiner als der für einen guten Rührer erforderliche Bodenabstand wird und überhaupt keine Mischwirkung mehr stattfindet.

Der vorgesehene Intensivmischer arbeitet deshalb mit konstanter Füllung. Die zufließende Menge Dickbrei und Anreibeol ist stets gleich der abfließenden gemischten Dünnbreimenge. In der vorgesehenen Anordnung wird die gesamte Mischarbeit von dem Vormischer übernommen. Das grosse Rührgefäss hat lediglich die Aufgabe, den fertigen Dünnbrei mässig zu bewegen und kleinere Betriebsschwankungen als Puffergefäss auszugleichen.

4.) Vorversuche.

Für die richtige Bemessung des Vormischers waren keinerlei Unterlagen vorhanden. Die Frage des zu wählenden Rührers und der für homogenes Mischen von Dickbrei und Anreibeol erforderlichen Mindestmisch- oder Verweilzeit musste durch Modellversuche geklärt werden. Die Versuche wurden auf dem Rührerprüfstand der Technischen Versuchsgruppe in Lu 104a durchgeführt. Vor Beginn der

Hauptversuche wurde durch Vorversuche zunächst die für das ganze Verfahren entscheidende Stabilität von Dünnbrei bei der späteren Betriebstemperatur von ca. 90°C untersucht. Die aus einem mit intensiv gemischtem Dünnbrei 2 m hoch gefüllten, heizbaren Glasgefäß am Boden im Laufe von über 100 Stunden entnommenen Proben zeigten, wie aus nachstehender Tabelle zu ersehen, bezüglich des Festgehaltes keinerlei Veränderung. Ein Absetzen von Kohleschlamm aus homogenen Dünnbreimischungen findet demnach auch im betriebsheißen Zustand nicht statt.

Probe Nr.	Absetzzeit in Stunden	Temperatur der Probe	Festgehalt der Probe in Gew. % +)
1	0	96°C	47,65
2	24	95°C	47,15
3	48	97°C	47,90
4	72	97°C	47,40
5	118	94°C	47,30

Die kleinen, meist entgegengesetzt verlaufenden Abweichungen hinter dem Komma, dürften bei der zur Analyse verwendeten geringen Breimenge von 1 gr. mit Sicherheit auf geringe unvermeidliche Beobachtungsfehler zurückzuführen sein.

Weitere Vorversuche hatten den Zweck, von den verschiedenen, zum innigen Mischen von Dickbrei und Anreibeoel geeignet erscheinenden Rührerformen die zweckmässigste Form auszuwählen. Hierzu wurden beide Mischungskomponenten in einem Glasgefäß diskontinuierlich zusammengemischt und das von dem jeweils eingebauten Rührer erzeugte, für die Mischwirkung ausschlaggebende Strömungsbild beobachtet. Die beste Mischwirkung wurde mit einem Hoeschrührer und einer 10-Flügelrührerturbine erzielt (Abb. 3).

Der Hoeschrührer ist jedoch für die später kontinuierliche Betriebsweise nicht besonders geeignet, da er am besten arbeitet, wenn in dem betreffenden Rührgefäß keine Einbauten vorhanden sind und sich eine freie ungezwungene Strömung ausbilden kann. Die ungezwungene Strömung hat aber in stetig durchflossenen Rührgefäßen immer den Nachteil, dass das zufließende Mischgut sofort nach Eintritt in den Behälter durch den Ueberlauf wieder hinausgespült werden kann, ohne sich vorher mit dem übrigen Behälterinhalt zu vermischen.

+) Die Bestimmung des Festgehaltes wurde für die Dauer der Versuche von Herrn Dr. Gieg, Hochdruckversuche Lu., übernommen.

Um dennoch bei kontinuierlicher Betriebsweise eine stets gleichgute Durchmischung zu erhalten, müssten bei Verwendung von Hoeschrührern mindestens 2 gleichgrosse Gefässe hintereinandergeschaltet werden. Ausserdem müssten die Rührer aus patentrechtlichen Gründen bei der Firma Eberhard Hoesch, Söhne, Düren/Rhld. bestellt, oder das Selbstfertigungsrecht von der gleichen Firma erworben werden.

Anders verhält es sich mit der Rührturbine. Diese besteht nur aus einer Nabe und mehreren unter einem bestimmten Neigungswinkel gleichmässig verteilt angeschweißten Flacheisenflügeln und ihre Arbeitsweise erlaubt im Gegensatz zum Hoeschrührer den Einbau eines Leitapparates und bietet damit den Vorteil einer erzwungenen Strömung, die kontinuierlich so geführt werden kann, dass das eintretende Mischgut das turbulente Mischfeld der Turbine vor Verlassen des Behälters mindestens 1 mal durchlaufen muss. Die Mischwirkung der Turbine kann dabei durch eine zweckmässige Anordnung von Strombrechern noch wesentlich erhöht werden.

5.) Modellgefäss und Arbeitsweise (Abb. 4).

Das in der Abbildung dargestellte, unter Beachtung der Ergebnisse der Vorversuche für die Hauptversuche angefertigte Modellgefäss besaß einen lichten Durchmesser von 350 mm, war 540 mm hoch, hatte einen Heizmantel und war mit einer 10-Flügeldoppelturbine und einem Leitapparat ausgerüstet. Zur Erhöhung der Mischwirkung waren dicht unter jeder Turbine aus Flacheisen gebildete Strombrecher angeordnet. Der Zulauf von Dickbrei und Anreibeeol erfolgte über einen Bodenstutzen. Der Flüssigkeitsstand wurde durch einen seitlichen Ueberlauf eingestellt. Als Antrieb diente ein drehzahl geregelter Gleichstrommotor. Der Drehsinn der Turbine war entsprechend der Flügelneigung so festgelegt, dass das durch den Bodenstutzen eintretende Dickbrei-Oelgemenge von der Turbine sofort angesaugt, durchmischt und mit dem übrigen Behälterinhalt über den Leitapparat umgewälzt wurde. Gleichzeitig floss eine, dem Zulauf entsprechende Gemischmenge über den Ueberlauf ab. Zur Drosselung des Umlaufes war der Leitapparat etwas höher als der Ueberlauf angeordnet. Der Vorzug dieser Anordnung bestand darin, dass die Verweilzeit des eintretenden Gemenges in dem Leitapparat grösser und eine bessere Durchmischung erhalten wurde. Aus diesem Grunde ist auch die schiffsschraubenähnliche Ausbildung der Turbine mit nach aussen abnehmendem Neigungswinkel zu verwerfen; denn gerade durch die konstante Neigung bei Flacheisenflügeln wird in der Förderichtung ein von aussen nach innen verlaufendes Geschwindigkeitsgefälle und

damit eine verbesserte Mischleistung erzielt. In Fortsetzung dieser Ueberlegung dürfte mit dem Modellgefäss im kontinuierlichen Betrieb die gleichmässigste Mischung bei höchster Durchsatzleistung dann zu erwarten sein, wenn das Gefälle zwischen Leitapparat und Ueberlauf so eingestellt wird, dass die Umwälzleistung der Turbine gerade ausreicht, um das eintretende Dickbrei-Öelgemenge noch restlos anzusaugen. Dabei ist es gleich, ob das Mischgut im Leitapparat mit dem übrigen Behälterinhalt gleichmässig durchmischt wird oder nicht; denn solange Dickbrei und Anreibeöl in stets gleichem Verhältnis mit unveränderlichem Festgehalt zugeführt werden, müssen der Festgehalt des verdünnten Dickbreies in und ausserhalb des Leitapparates von vornherein gleich sein.

6.) Hauptversuche.

Um die mit dem Modellgefäss bei guter Durchmischung erreichbare Durchsatzleistung zu ermitteln, wurde das Gefäss in die hierfür erstellte, kontinuierlich arbeitende Versuchsanlage eingebaut (Abb. 5). Alle Behälter und Rohrleitungen dieser Anlage mit Ausnahme der Pumpen und Rücklaufrohre waren heizbar.

Die zur Durchführung eines Versuches eingefüllten Mischungskomponenten wurden zunächst in den beiden Behältern A und B bis zu einem pumpfähigen Zustand erwärmt und mit den Zahnradpumpen C, D über die beiden erhöht aufgestellten Ueberlaufgefässe E, F unter weiterem Aufheizen im Kreislauf umgewälzt. Erst nach Erreichen der Betriebstemperatur von 90°C und wenn diese durch Regeln des Heizedampfdruckes längere Zeit gehalten werden konnte, wurden die im Boden der Ueberlaufgefässe befindlichen Regelventile geöffnet und das richtige Verhältnis von Dickbrei und Anreibeöl durch Messungen an den Rücklaufschurren eingestellt. In diesem Zustand wurde die Apparatur mehrere Stunden beobachtet und Temperatur und Durchflussmenge genauestens aufeinander abgestimmt.

Sobald Schwankungen bezüglich Temperatur und Durchflussmenge für die vermutliche Dauer eines Versuches nicht mehr zu erwarten waren, wurden die beiden Rücklaufschurren gleichzeitig entfernt. Dickbrei und Anreibeöl durchflossen auf diese Weise das Modellgefäss von Anfang an in der gewünschten Menge und im richtigen Verhältnis. Die Drehzahl der Turbine wurde so festgelegt, dass eine im Verhältnis zum Zulauf genügende Umwälzbewegung zu Stande kam. Ausser einigen Tastversuchen zur Ermittlung der ungefähren Durchsatzleistung wurden zwei Hauptversuche durchgeführt. Die Durchsatzleistung betrug in

beiden Fällen bei einer Modelldrehzahl von 335 - 340 U/min 1,14 to/h. Während der Versuche wurden in Zeitabständen von 2 Minuten laufend Proben am Dünnbreiaustritt entnommen und mit nachstehendem Ergebnis auf ihren Festegehalt untersucht.

Versuch I

Versuch II

Festegehalt Dickbrei: 53,1 %
Festegehalt Anreibeceel: 13,7 %

Festegehalt Dickbrei: 53,2 %
Festegehalt Anreibeceel: 14,6 %

Dünnbrei:

Dünnbrei:

Probe	Festegehalt
1	44,55 %
2	44,4 %
3	44,65 %
4	44,95 %
5	44,1 %
6	44,7 %
7	44,1 %
8	44,75 %
9	44,07 %

Probe	Festegehalt
1	45,0 %
2	44,7 %
3	44,8 %
4	44,6 %
5	44,6 %
6	44,5 %
7	44,4 %
8	44,3 %
9	44,8 %
10	44,3 %
11	44,3 %
12	44,8 %

Unter Berücksichtigung der primitiven Zulaufregelung und der erwähnten geringen unvermeidlichen Meßfehler bei der Untersuchung darf angenommen werden, dass der aus dem Modellgefäß austretende Dünnbrei vollkommen homogen gemischt war.

7.) Kraftbedarf:

Für die Bestimmung der Antriebsleistung des Vormischers muss der Widerstandsbeiwert der Turbine bekannt sein. Dieser ist für Modell- und Hauptausführung bei einem bestimmten nach den Modellgesetzen zu errechnenden Drehzahlverhältnis gleich, wenn der Einfluss der inneren Flüssigkeitsreibung gegenüber dem Einfluss der Erdbeschleunigung vernachlässigbar (gering) ist. Trifft dies nicht zu, so darf zur Bestimmung des Widerstandsbeiwertes die Betriebsflüssigkeit nicht mehr als Modellflüssigkeit verwendet werden. Die Modellflüssigkeit ist dann bezüglich ihrer kinematischen Zähigkeit durch die gleichen Modellgesetze festgelegt.

Um die hierbei möglichen Fehler von vornherein auszuschalten, wurde der Kraftbedarf der Modellturbine auf beide Arten bestimmt und zwar einmal mit Dünnbrei von 90 als Füllgut und einmal mit Zylinderöl von 80°C. Zur Leistungsmessung selbst wurde die Modellturbine auf einem Drehtisch aufgebaut und die Turbinendrehmomente bei verschiedenen Drehzahlen ausgewogen. Die aus Drehmoment und Drehzahl errechnete, unmittelbar auf die Flüssigkeit übertragene Leistung der Turbine ist in Abb. 6 als Funktion der Drehzahl graphisch aufgetragen.

8.) Vormischer - Betriebsausführung (Abb. 7).

Der in Stettin zu erstellende Vormischer soll für eine max. Stundenleistung von 90 to. Dünnbrei mit einem Festgehalt von 40 % vorgesehen werden. In seinem wesentlichen Aufbau muss der Vormischer ein maßstäblich vergrößertes Abbild des Modellmischers sein. Das zu wählende Maßstabsverhältnis m ist gleich der dritten Wurzel aus dem Durchsatzverhältnis von Vor- und Modellmischer, hier = 4,3. Die Abmessungen sind damit eindeutig gegeben. Sie wurden mit geringen, für die Strömungsverhältnisse bedeutungslosen Abänderungen festgelegt wie folgt:

Behälter-Durchmesser	=	1600 mm
Behälterhöhe	=	2400 mm
Leitapparat-Durchmesser	=	700 mm
Leitapparatöhe	=	1600 mm
Turbinen-Durchmesser	=	650 mm.

Um Platz für ein Turbinenfußlager zu gewinnen, ist der Eintrittsstutzen für das Dickbrei-Ölgemenge nicht mehr zentral im Boden, sondern tangential im Mantel dicht über dem Boden angesetzt. Der Stutzen mündet zunächst in einen Ringraum, der seinerseits wieder durch einen durchlaufenden schmalen Spalt mit dem übrigen Mischraum in Verbindung steht. Die Anordnung bezweckt, dass das eintretende Gemenge unter mässiger Rotation konzentrisch aus dem Ringraum austritt und dem Leitapparat von allen Seiten gleichmässig zugeführt wird.

Die Spiegeldifferenz zwischen Oberkante Leitapparat und Mitte Austrittsstutzen ist mit 250 mm angegeben. Ob dieses Maß dem für die Mischwirkung günstigsten Abstand entspricht, kann erst im Betrieb festgestellt werden. Die richtige Wahl der Spiegeldifferenz ist, wie schon am Modellgefäß erläutert, für die erreichbare Mischwirkung von grösster Bedeutung. Wir empfehlen daher, wie in der Skizze eingetragen, vor dem Austrittsstutzen eine Ueberlauf tasche anzubringen und durch 50 mm hohe auswechselbare Aufsätze die günstigste Füllhöhe einzustellen.

Für die Wahl der Drehzahl war das an dem Modellmischer beobachtete Strömungsbild massgebend. Wenn im Vormischer, ohne auf die Modellgesetze näher einzugehen, das gleiche Strömungsbild erhalten werden soll, so muss unter der Voraussetzung des gleichen Turbinenwiderstandes und Förderwirkungsgrades für Modell- und Hauptausführung, die im Leitapparat senkrecht nach oben gerichtete Geschwindigkeitshöhe im Vormischer um m mal grösser sein, als im Modellgefäss. Es sei w_m die senkrechte Geschwindigkeitskomponente, h_m die w_m entsprechende Geschwindigkeitshöhe des Modells.

Dann ist

$$\frac{w_m^2}{2g} = h_m \quad \text{und für den}$$

Vormischer analog

$$\frac{w_h^2}{2g} = h_h = h_m \cdot m \quad \text{oder}$$

$$w_h = w_m \cdot \sqrt{m}; \quad \text{durch Einsetzen der Drehzahlen erhält man}$$

$$\varphi \cdot \frac{D_h \cdot \pi \cdot n_h}{60} = \varphi \cdot \frac{D_m \cdot \pi \cdot n_m}{60} \cdot \sqrt{m} \quad (\varphi = \text{Förderwirkungsgrad})$$

$$n_h = n_m \cdot \frac{D_m}{D_h} \cdot \sqrt{m}; \quad \frac{D_m}{D_h} = \frac{1}{m};$$

und als Endergebnis

$$n_h = n_m \cdot \frac{1}{\sqrt{m}}; \quad 1)$$

Die für den Vormischer zu wählende Drehzahl beträgt demnach

$$n_h = 335 \cdot \frac{1}{\sqrt{4,3}} = 161 \text{ U/min.}$$

Da das Durchmesser Verhältnis der Leitapparate mit 4,05 etwas geringer als 4,3 ist, wären 166 U/min genauer. In der Zeichnung ist die Drehzahl mit 160 U/min angegeben. Sie kann aber auch um ein geringes höher sein.

Die umgewälzte Breimenge ist im Vormischer dem Querschnitt des Leitapparates entsprechend um m^2 und der Geschwindigkeit entsprechend um \sqrt{m} insgesamt also um $m^{2,5}$ mal grösser als im Modellmischer

$$Q_h = Q_m \cdot m^{2,5}; \quad 2)$$

Die Antriebsleistung des Vormischers ist der Umwälzmenge nach um $m^{2,5}$ und der Förderhöhe nach um m , zusammen um $m^{3,5}$ -mal grösser als die Leistung des Modells.

$$L_h = L_m \cdot m^{3,5} \quad 3a)$$

Bei Verwendung einer anderen Modellflüssigkeit muss die rechte Seite der Gleichung mit dem Verhältnis der spezifischen Gewichte der Betriebs- und Modellflüssigkeit $\frac{\gamma_h}{\gamma_m}$ erweitert werden.

$$L_h = L_m \cdot m^{3,5} \cdot \frac{\gamma_h}{\gamma_m} \quad 3b)$$

In Abb. 8 sind die reinen nach Gleichung 3a und 3b für Dünnbrei und Zylinderöl als Modellflüssigkeit berechneten Antriebsleistungen in Abhängigkeit der nach Gleichung 1 ermittelten Drehzahlen aufgetragen. Für 160 U/min ergeben sich mit Dünnbrei als Modellflüssigkeit 11,4 kW und für Zylinderöl ca. 9,0 kW Antriebsleistung. Zu diesen Werten kommen noch prozentuelle Zuschläge für Unsicherheit, Stopfbüchsen und Getriebeverluste hinzu, sodass in beiden Fällen als Antrieb ein 15,0 kW-Motor zu wählen ist.

Nach Gleichung 2 und 3 ändert sich die Umwälzmenge für geometrisch ähnliche Mischgefässe im Verhältnis $m^{2,5}$ und die Antriebsleistung im Verhältnis $m^{3,5}$. Das bedeutet, dass die Verweilzeit im Leitapparat des Vormischers und die im Vormischer je Volumeinheit aufgewandte Mischleistung um mehr als doppelt so gross wie im Modellgefäss sind. Mischtechnisch wird sich beides normalerweise nur vorteilhaft auswirken. Es könnte hier jedoch der Fall gewesen sein, dass die Umwälzleistung der Modellturbine gerade ausreichte, um das zulaufende Gemenge restlos anzusaugen. Dann würde die Umwälzmenge des Vormischers nicht ausreichen und müsste durch Verringern der Spiegeldifferenz zwischen Leitapparat und Ueberlauf in der vorgeschilderten Weise erhöht werden. Die richtige Spiegeldifferenz hätte auch versuchsmässig festgelegt werden können. Dazu wäre jedoch die Bestimmung der Q_h -Linie der Modellturbine (Fördermenge in Abhängigkeit von der Spiegeldifferenz) bei der Betriebsdrehzahl entsprechenden Modelldrehzahl erforderlich gewesen. Da die Vorbereitung und Durchführung eines einzigen Versuches durchschnittlich mehrere Tage dauerte, wären zur Klärung dieser Frage, die sich im Betrieb in einigen Stunden erledigen lässt, mehrere Wochen vergangen.

Im allgemeinen werden Drehzahl und Antriebsleistung von Betriebsbehältern so berechnet, dass in Modell- und Hauptausführung je Volumeinheit Füllgut die gleiche Rührenergie aufgewendet wird.

Wenn im Vormischer die spezifische Rührleistung aus Sicherheitsgründen doppelt so gross wie im Modellgefäss gewählt wurde, darf nach unseren bisherigen Erfahrungen angenommen werden, dass mit der eingebauten Turbine 90 Stute 40%iger Kohledünnbrei vollkommen homogen gemischt werden können. Voraussetzung ist nur, dass die Mischung bei 90°C und gerade genügender Umwälzung stattfindet.

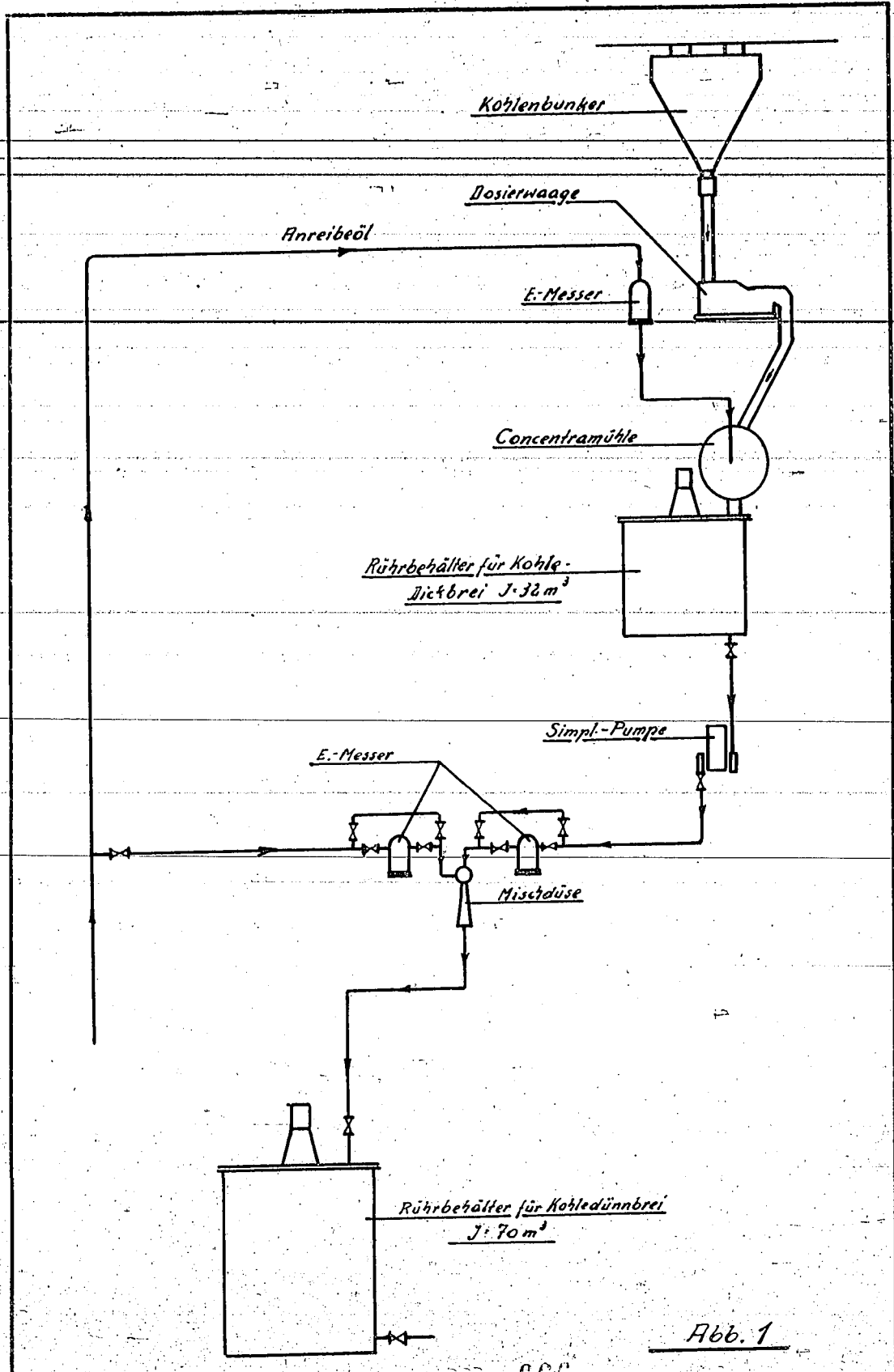
9.) Zusammenfassung.

Für die Wärmeregeneration von Steinkohlebrei in Hydrieranlagen sind zwei Kohlebreisorten erforderlich, Dickbrei und Dünnbrei, deren Festgehalt aus Wirtschaftlichkeitsgründen auf den für die Vorheizer und Wärmeaustauscher zulässigen konstanten Höchstwert eingestellt werden muss. Die in Stettin im ersten Steinkohlehydrierwerk mit Wärmeregeneration an den Breipressen beobachteten, sich auf die Gesamtanlage nachteilig auswirkenden Festeschwankungen des Dünnbreies sind auf die schlechte Mischwirkung der Mischdüse und des im Stapelgefäss umlaufenden Rührwerkes zurückzuführen, da ein Absetzen homogener Dünnbreimischungen, wie durch unsere Vorversuche nachgewiesen wird, in den Rohrleitungen auch in betriebsheißem Zustand nicht stattfindet. Eine praktisch ausreichende Verbesserung des Mischverfahrens für die Dünnbreiherstellung ist dadurch zu erreichen, dass die Mischdüse durch einen mechanischen Intensivmischer, der eine genügend homogene Durchmischung der Zulaufkomponenten garantiert, ersetzt und der nachgeschaltete Rührbehälter nur noch als Puffergefäss verwendet wird. Als bestgeeignetes Mischaggregat für die kontinuierliche Dünnbreiherstellung wird auf Grund qualitativ und quantitativ gut verlaufener Modellversuche mit einer Mischleistung von 1,14 to/h eine 10-Flügeldoppelturbine mit Leitapparat und Strombrechern empfohlen, deren Strömung zur Erhöhung der Mischwirkung durch Einstellen des Leitapparates so zu führen ist, dass das am Boden zulaufende Dickbrei-Oelgemenge gerade noch vollkommen angesaugt wird und zur Durchmischung möglichst lange im Leitapparat verbleibt. Für die Mischerabmessung, Drehzahl, Umwälzleistung und den Kraftbedarf werden die im vorliegenden Fall gültigen Beziehungen zwischen Modell- und Hauptausführung für die gewählte Bedingung abgeleitet, dass die Strömungsbilder von Modell- und Hauptausführung geometrisch ähnlich sein sollen. Auf Grund der durchgeführten Modellversuche in Verbindung mit theoretischen Betrachtungen über den

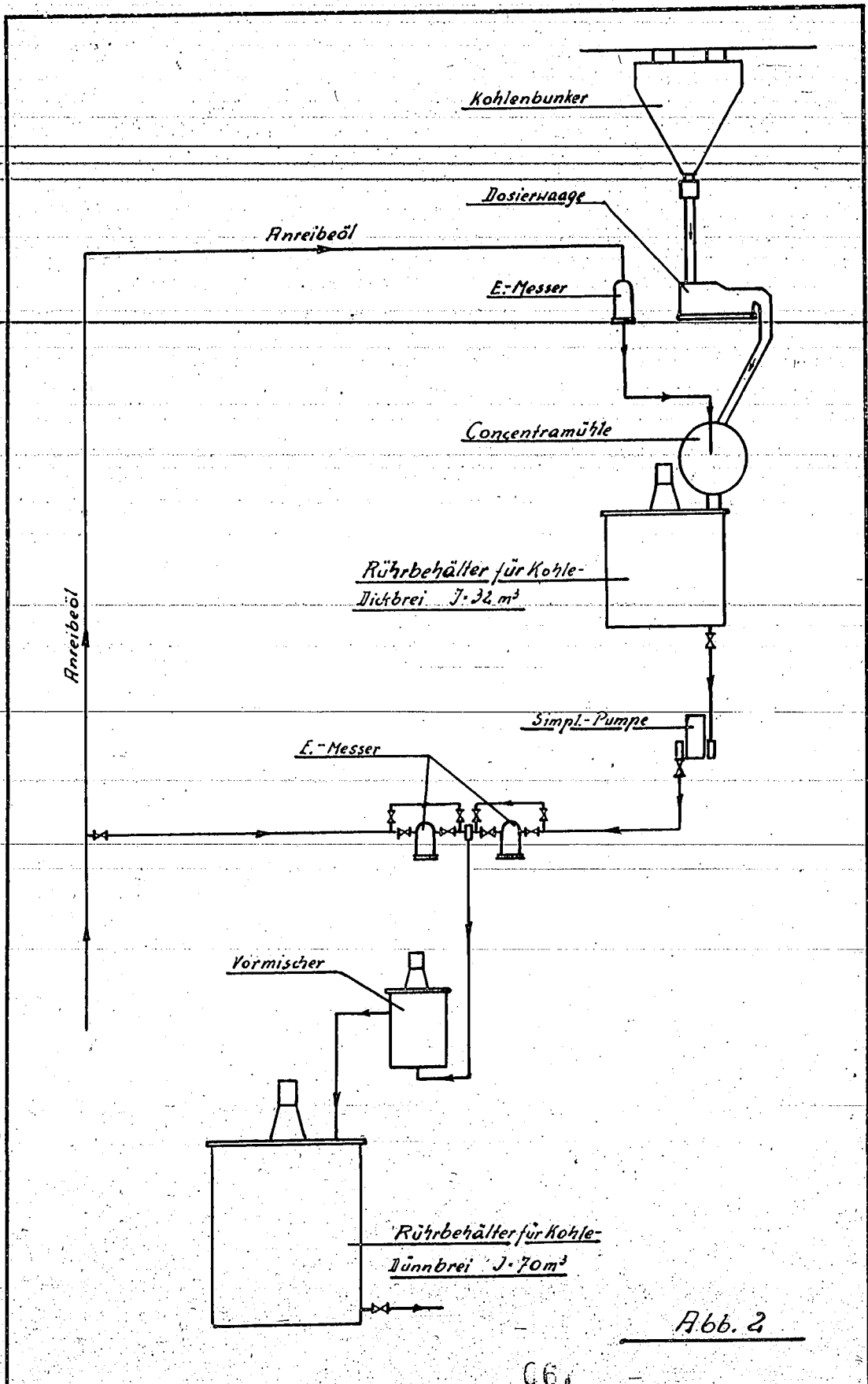
Rühr- und Mischvorgang-gelanges, brauchbare Vorschläge für die Verbesserung
der Kohledünnbreiherstellung in Stettin anzugeben.

Ludwigshafen/Rh., 11.11.1942.

J o h n II.



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Tag 25.7.42 Name <i>J. Schür</i>	Maßstab	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	V 3550
---	---------	---------------------------------	--------



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Tag 24. 7. 42. Name <i>Johus</i>	Maßst.	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	V 3531
---	--------	---------------------------------	--------

hier abzeichnen

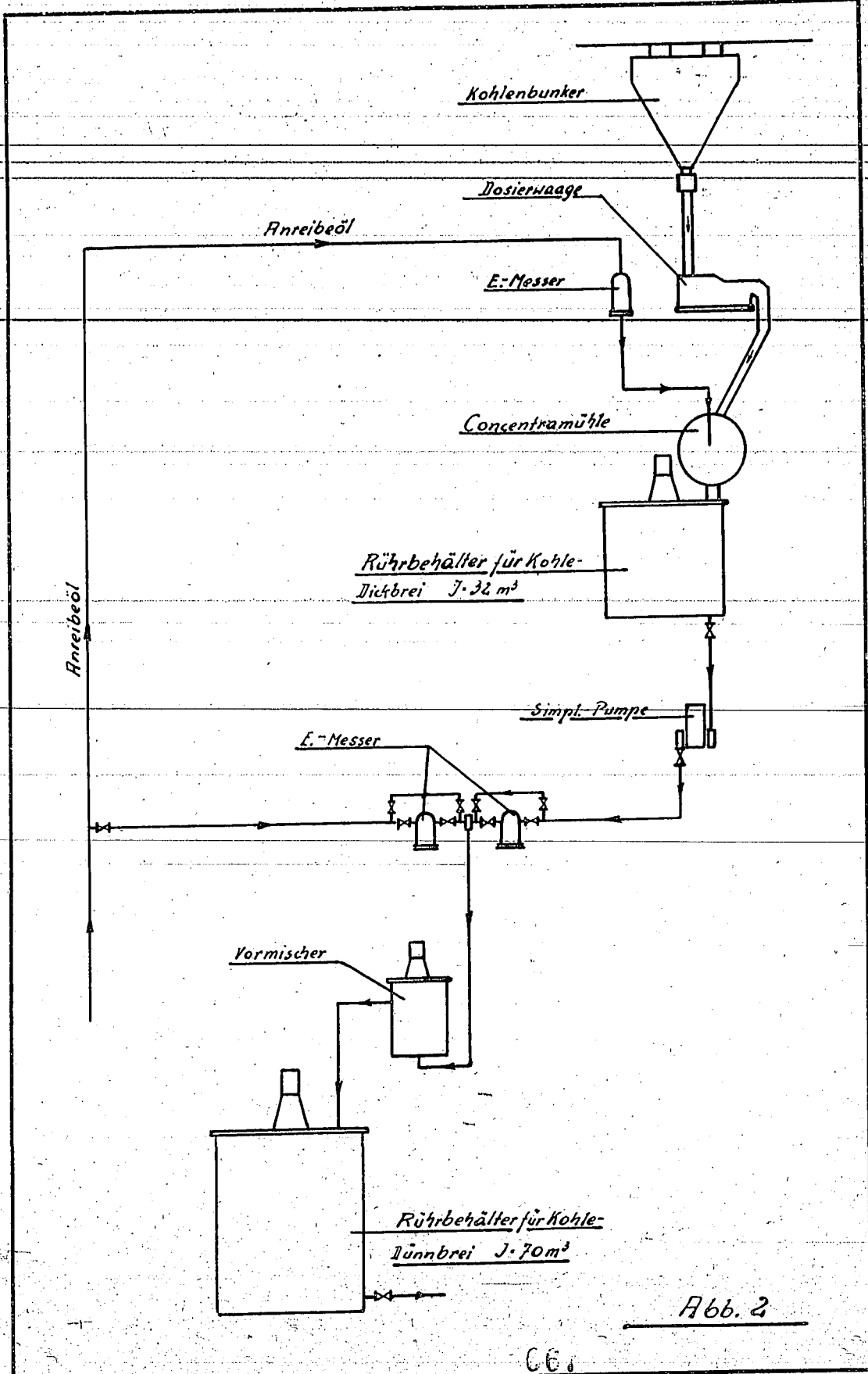
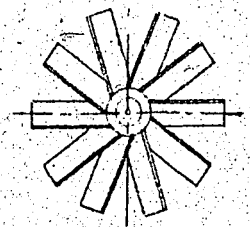
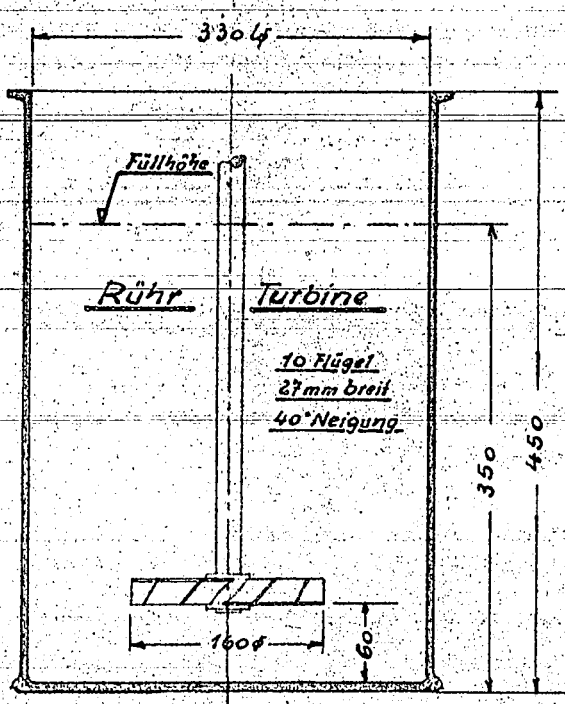
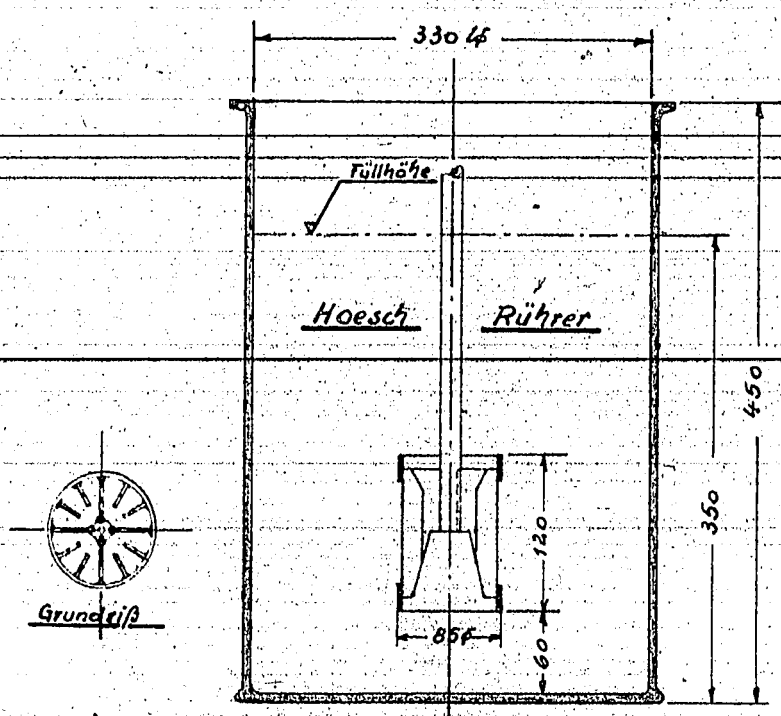


Abb. 2

CG.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Tag. 24. 7. 42. Name. <i>Johans</i>	Maßst.	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	V 3531
--	--------	---------------------------------	--------

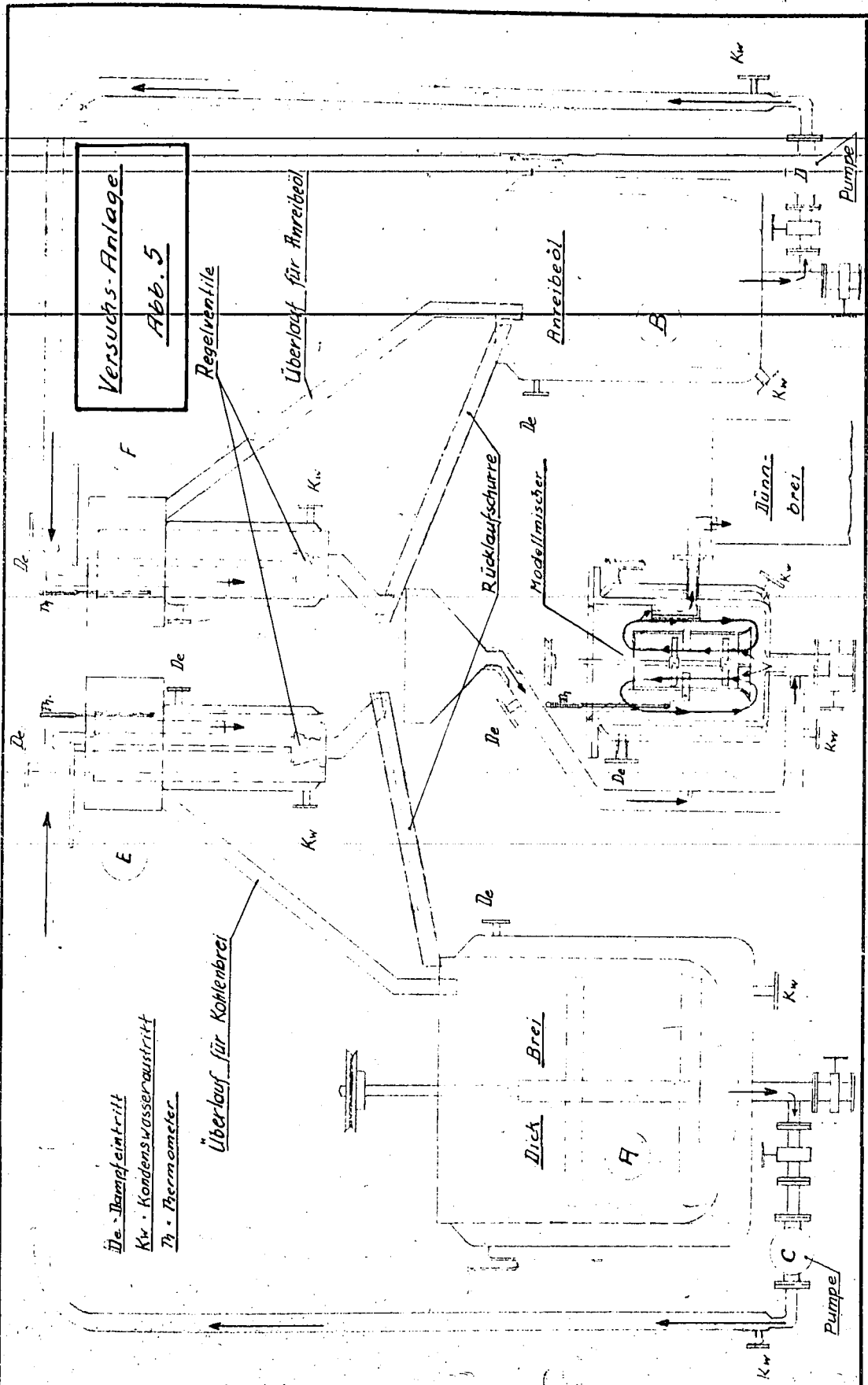


668

Abb. 3

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Tag. 28.7.42. Name.	Mod.	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	V 3532
--	------	---------------------------------	--------

Nur abschneiden



Versuchs-Anlage
Abb. 5

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Tag 23.7.44 Name

Maßst.

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

V 3534

Kraftbedarf der Modellturbinen in Abhängigkeit v. der Drehzahl

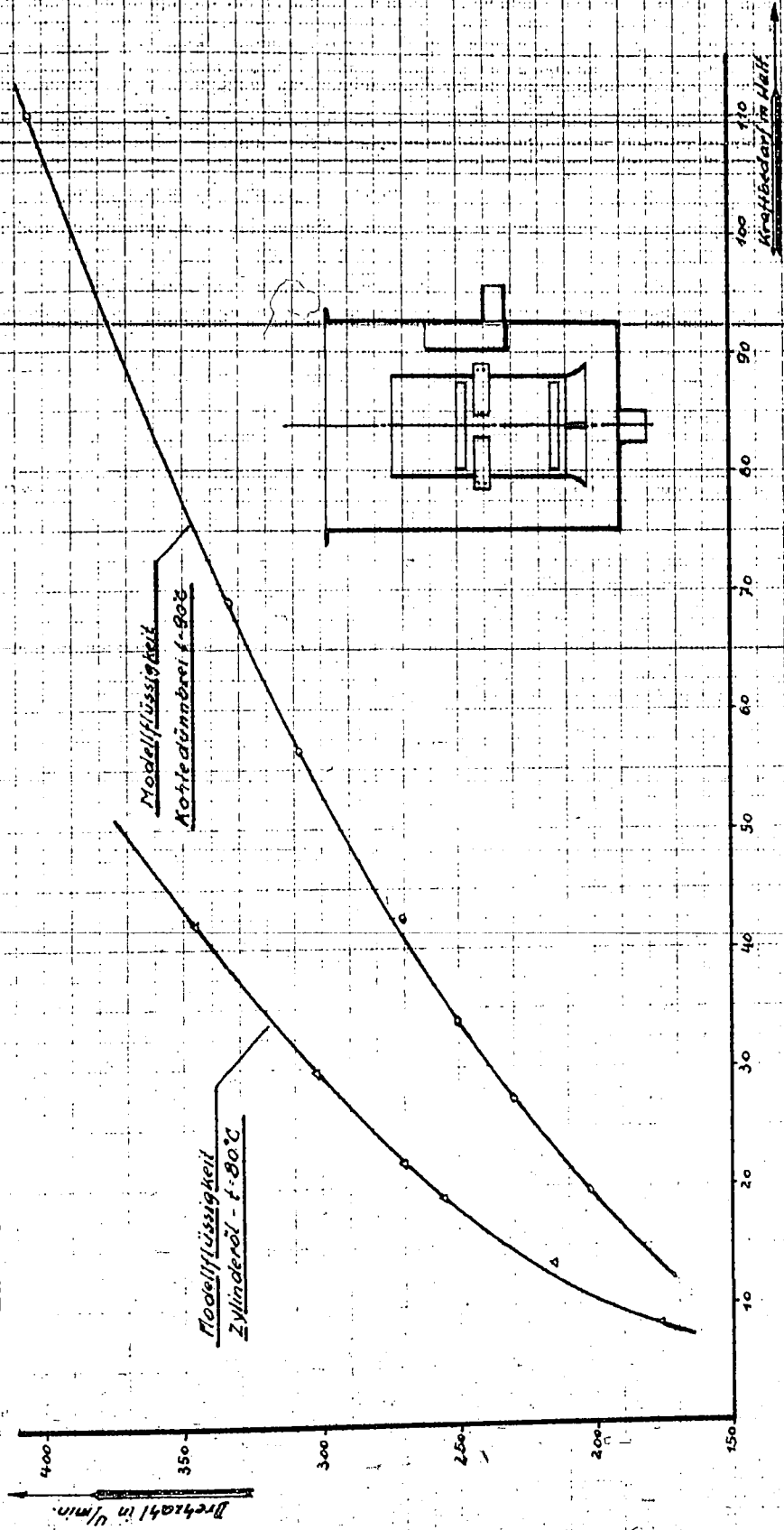
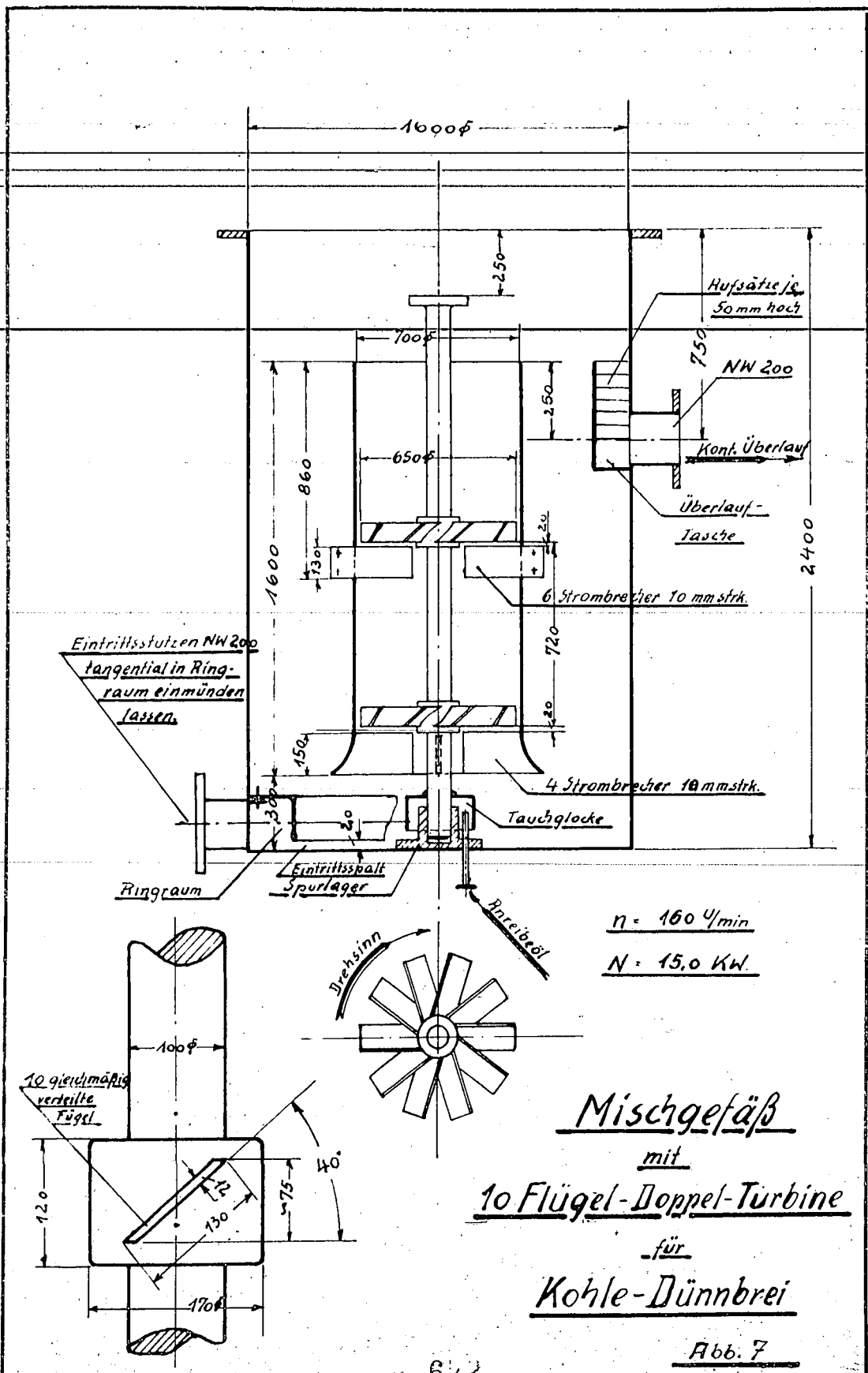


Abb. 6

Lu. 104a. 2. 28. 7. 44. Jos 3535



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Ing. Name	Model.	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	V 347
--	--------	---------------------------------	-------

Kraftbedarf des Vormischers in Abhängigkeit von der Drehzahl

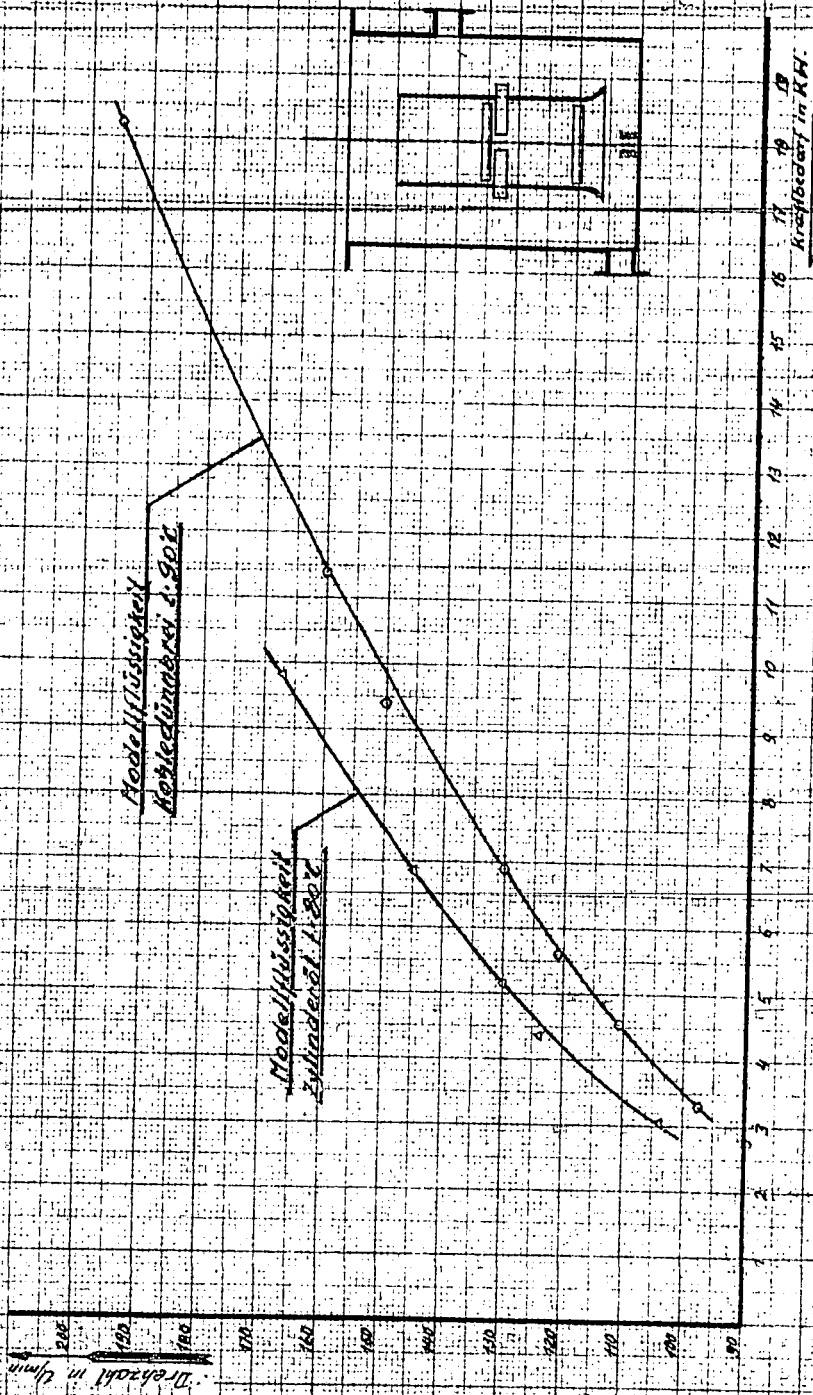


Abb. 8

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4-7 (210 x 297 mm)

L. 104a, d. 28.7.42. Fos.

V 3536

11/11/42

EXPERIMENTS ON MIXING OF COAL PASTE

From Dr. E. Froese's files.

An abstract

Two kinds of coal paste are required if heat exchange is used for coal paste in hydrogenation plants, the thick paste and the thin paste, the solids content of which must be kept at a certain maximum for efficient operations of the heat exchanger and preheater. Variations in the solids contents observed at the paste pumps of the Stettin coal hydrogenation plant, which was the first to use heat exchangers, were traced to the poor results obtained with the mixing orifice and the stirrer in the supply tank, because our preliminary experiments have shown that there is no settling of a homogeneous thin coal paste in the pipe lines even when heated to the operating temperatures. From a practical standpoint, a sufficient improvement of the mixing of the thin paste is produced by replacing the mixing nozzle with power stirrer which guarantees a sufficiently uniform mixing of the components, and permits using the supply tank with a stirrer merely as buffer tank. On the strength of qualitative and quantitative tests with a laboratory model, a suitable mixer for a continuous production of thin paste is recommended, with the production of 1.14 te/hr, and which consists of a 10 vane double turbine with a pipe line and breaker arms. The stirring action is increased by such location of the feed line that the mixture of thick paste and oil, entering at the bottom will be just sucked out, and will remain as long as possible in the pump for better mixing. The relationships existing between the laboratory model and the industrial size unit are used in the determination of the rpm, mixer dimensions, recirculation and power requirements to produce geometrically similar flow conditions in the laboratory and industrial models. Experiments in the laboratory model and theoretical considerations of stirring and mixing processes have resulted in producing useful suggestions for the improvement of the thin coal paste preparation in Stettin.

673a

Übersicht:

I. Bericht von Pulitz über den Hergang des Ausfalls der Kohle-
kammern. Mitteilungen über ähnliche Vorkommnisse auf anderen
Werken, insbesondere über das Auftreten von Verstopfungen
durch Bildung von Gashydraten, Ammonkarbonat usw.
Technische Massnahmen zur Vermeidung von Gashydraten.

Seite 3 - 11

II. Literatur über Gashydrate.

Seite 12 und
Anlage 1

III. Kontrolle der bei Verstopfung auftretenden
Druckdifferenzen.

Seite 12-13 und
Anlage 2

IV. Diskussion über sonstige Erfahrungen bei Störungen
in Hochdruckkammern (Notentschlammung, Lockflamme,
Verbindung zwischen den Öfen).

Seite 14-16.

I. Nach einleitenden Begrüssungsworten von Dr. Piar berichtet Dr. Wissel über den Hergang des Ausfallens der Kohlekammern 13 und 15 in Pülitz.

Pülitz hat vier Kohlekammern, je zwei Kammern hängen an einem Kreislauf. Die Druckdifferenz im Kreislauf betrug 60 atm. Die Druckdifferenz der Kohlekammern betrug 30 atm je Kammer. Drucksseitig wird der Gaskreislauf der Kohlekammern in zwei parallelen Strängen gefahren, getrennt von dem Gaskreislauf der beiden Teekammern; saugseitig wird das Gas der Teekammern nicht mehr getrennt gefahren, sodass also drei parallele Stränge vorhanden sind. Der Frischwasserstoff wird auf der Drucksseite der Umlaufpumpen zugesetzt.

Etwa acht Tage vor dem Unfalltag war durch Ausfallen des Wasserwerkes wegen Schwemmeisbildung im Kanal ein scharfes Zurückfahren notwendig geworden, wobei grössere Unregelmässigkeiten im Kammerbetrieb auftraten. An dem Unfalltag selbst waren Störungen nicht beobachtet worden. Gegen 11 Uhr trat plötzlich bei den Kohlekammern 13 und 15 Zurückfallen des Gasdurchganges und des gesamten Kaltgases ein. Die Menge Eingangsgas, die durch die Kammern geht, betrug 25 000 cbm, die Menge Kaltgas in einer Kammer etwa 30 000 cbm, in der anderen etwas weniger. Alle Erstmassnahmen, wie Ventilaufräumen an den Frischgas- und Kaltgaszugängen, brachten keine Besserung. Es wurde sofort auf Anreibeöl umgestellt; die Kreislaufdifferenz wurde höher gefahren. Pülitz hat die Möglichkeit, die Kreislaufdifferenz auf 100 atm zu fahren, während sie normalerweise auf 60 atm gehalten wurde. Innerhalb der nächsten sechs Minuten stieg die Temperatur in den Öfen auf 27,2 bzw. 27,8 MV an. Obgleich sich das Umstellen auf Anreibeöl noch in dem ersten Ofen ausgewirkt hat, hat es doch nicht genügt, um die Temperatur ganz heruntersudrücken. Nach etwa sechs Minuten kam der Gasdurchgang plötzlich wieder, die Kammern gingen durch, nach 2-3 Minuten riss in der einen Kammer das Rohr vom zweiten zum dritten Ofen, 1/2 Minute später in der zweiten Kammer das Übergangrohr vom dritten zum vierten Ofen. Die Notentschlammung war betätigt worden, das Durchgehen konnte jedoch nicht mehr verhindert werden.

670

Als Ursache haben Untersuchungen, die hinterher angestellt wurden, ergeben, dass wahrscheinlich Kohlenwasserstoffhydrate für das schlagartige Zurückgehen des Gasdurchganges verantwortlich sind. Beim Entspannen des Kreislaufs am nächsten Tage wurden Stücke von Gashydrat gefunden. Nachdem der Kreislauf druckleer war, wurden durch Gasanalyse Kohlenwasserstoffe festgestellt, deren Vorhandensein auf Zersetzung der Gashydrate zurückzuführen ist. Noch einige Tage nach dem Unfall wurden Gashydrate herausgeblasen. Der Kreislauf in Pölitz wird mit Wassereinspritzung gefahren. Das Wasser wird vor der Ölwäsche aus dem Kreislauf abgetrennt.

Besonders zu bedauern ist, dass in der daneben stehenden Kammer 14, in der Leute arbeiteten, zwei Schlosser durch schwere Brandwunden tödlich verunglückten. Es wurde beschlossen, dass für Leute, die in einer Kammer neben einer laufenden Kammer in möglicher Gefahr arbeiten, Warnungssignale vorgesehen werden.

Anschliessend an den Bericht wurden Lichtbilder vorgeführt, die die beiden beschädigten Kammern zeigten.

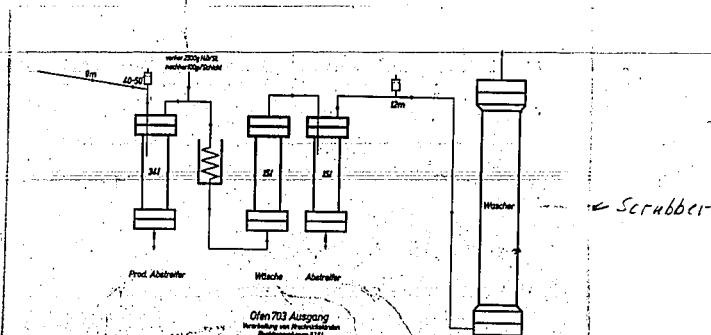
Dr. Pier: Der offizielle Bericht über den Hergang des Unfalles ist allen Teilnehmern der Besprechung zugeschickt worden. Zur Erklärung hat man in erster Linie an eine Verstopfung des Gaskreislaufes gedacht; tatsächlich haben Untersuchungen die Anwesenheit von Gashydrat ergeben.

Dr. Pier schlägt dann vor, dass die Vertreter der einzelnen Werke über ihre Erfahrungen mit Gashydraten berichten. Gleichzeitig wäre es wichtig, über die Entfernung des Ammoniak und über Ammonkarbonat-Bildung zu sprechen. Es ist bekannt, dass oberhalb einer gewissen Temperatur, 35-40°C, keine Gashydrate mehr beständig sind, gleichgültig welche Wasserkonzentration und welche Kohlenwasserstoffkonzentration vorliegen. Aus Literatur und Erfahrungen der amerikanischen Ölindustrie ist bekannt, dass sich die verschiedenen Gashydrate gegenseitig beeinflussen. In Gegenwart von Ammoniak, Öl oder Alkohol sind die Gefahren der Gashydratbildung verringert. Auch durch ausserordentlich grosse Wassermengen werden die Gashydrate beseitigt. Doch wird es praktisch sein, so wenig Wasser wie möglich anzuwenden. Mit Erhöhung

der Temperatur steigt die Wasserdampfkonzentration im Kreislauf, dadurch entsteht höherer Partialdruck. Wenn dann bei einem langen Kreislauf irgendwo eine Kühlung eintritt, kommt es zur Kondensation des Wasserdampfes und damit ist die Möglichkeit zur Gashydratbildung gegeben.

Dr. Simon berichtet über die Störungen, die in der Gross- und Kleinapparatur Ludwigshafen durch Propanhydratbildung aufgetreten sind. Die erste Störung, die auf Propanhydrat zurückgeführt wurde, trat ein beim 100 Liter-Ofen im Juni 1938. Der Ofen wurde bei 700 atm mit Krackrückständen gefahren, Kreislaufgasmenge 185 cbm/Std. Das Kreislaufgas enthielt ungefähr 18 % Kohlenwasserstoffe, das mittlere C war 1,4. Es trat eine Druckdifferenz auf, die zunächst nicht lokalisiert werden konnte. Man nahm an, dass die Störungen auf die Bildung von Ammonsalzen zurückzuführen sei und erhöhte die Wasserspülung hinter dem Abscheider und Regenerator auf 1,5 kg/Std. Wasser hinter dem Abscheider, 1,5 kg/Std. hinter dem Regeneratoreingang und 2,5 kg/Std. hinter dem Produktabtreiber. Aber diese Massnahme blieb erfolglos. Man musste den Ofen kalt fahren und abstellen. Die Durchgangs-

*formerly 2500 g. H₂O/hr
later 100 g H₂O/shift*



Catchpot Scrubber has catchpot
OUTLET of CONVERTER 703. Working up of cracking residues

prüfungen liessen den Ort der Verstopfungen nicht erkennen. Die Überlegungen führten dazu, dass es voraussichtlich Gashydrate sind, die die Störungen verursachen. Gleich nach dem Anfahren trat erneut Druckdifferenz auf. Beim Zurücknehmen des Druckes von 700 auf 200 atm verschwand die Druckdifferenz jedesmal wieder.

Das liess eindeutig auf Gashydrate schliessen. Mit einem normalen angeschlossenen Kolbendifferenzmanometer konnten nur die Druckdifferenzen als zwischen Produktabstreifer und Ausgangsleitung hinter der Wasserwäsche liegend bestimmt werden. Es wurden deshalb diese Leitungen beheizt, ausserdem wurde die Wasserspülung hinter dem Abstreifer von 2,5 kg/Std. auf 1 x 100 g/Schicht zurückgenommen. Danach traten keine Druckdifferenzen mehr auf.

Es wurden zur Verhinderung solcher Störungen zwei Massnahmen getroffen:

- 1) die gesamten Leitungen werden auf 40°C geheizt,
- 2) die Wassereinspritzung wird möglichst weit zurückgenommen.

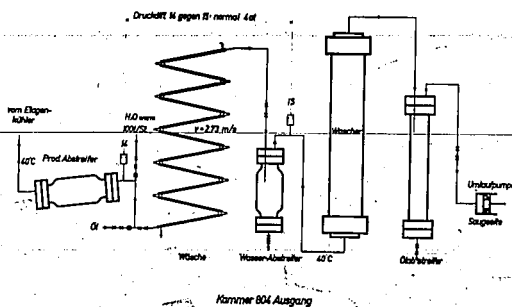
Ein zweiter Fall von Gashydratbildung wurde beobachtet beim Heizöl-Grossversuch in der 700 atm-Kammer 804 im September 1941.

Pressure differ: 14 against 15 normal 4atm

*Pressure difference
14 against 15
normally 4at.*

from stage cooler

catch pot -



Scrubber

*circulation pump
suction side*

oil scrubber

*scrubbing water scrubber
OUTLET STALL 804*

Um die Bildung von Gashydrat zu vermeiden, waren die Leitungen vom Produktabstreifer bis zum Eingang der Ölwäsche auf der ganzen Strecke auf 40°C geheizt; ausserdem wurde warmes Wasser hinter dem Produktabstreifer eingespritzt in einer Menge von 100 Liter/Std., um die Ammonkarbonatbildung zu vermeiden.

Während des Betriebes der Kammer (Heisdl-Grossversuch)

stellte sich im allgemeinen in dem Leitungsgestück Produktabstreifer-
ferausgang - Ölwascheingang eine Druckdifferenz von etwa 4 atm
ein. Die Ölwasche selbst zeigte keine messbare Druckdifferenz.
Diese Druckverhältnisse im Kammerausgang hielten sich während der
Dauer des ganzen zehnwohigen Versuches annähernd konstant bis
auf eine Ausnahme: Die Differenz der Kammer stieg von etwa 23 atm
auf etwa 29 atm. Die Gaseingangswaagen zeigten Unregelmässigkeiten,
sodass Gefahr bestand, dass die Gaseingänge nicht mehr
gehalten werden konnten. Die Kammer wurde auf Anreiböl umgestellt.
Die Untersuchung ergab, dass die Druckdifferenz in dem Leitungs-
stück zwischen Produktabstreifer und Ölwasche lag. Dieses
Leitungsgestück war durch Versagen eines Kondensstopfes kalt ge-
worden. Nach Beseitigung dieser Störung und Wiederwarmwerden der
Leitung ging die Druckdifferenz auf ihren Normalwert zurück und
der Betrieb konnte ohne Schwierigkeit fortgesetzt werden. Es
wurde mit einer Kreislaufgasmenge von 4350 cbm/Std. gefahren. Das
Kreislaufgas setzt sich wie folgt zusammen:

10 %	Methan
2 %	Ethan
1 %	Propan
0,5%	Butan.

Ein dritter Fall der Propanhydratbildung trat auf bei
der DHD-Kammer beim Auffüllen des Ofens mit Entspannungsgas. Die
Aussentemperatur war sehr niedrig, gearbeitet wurde bei 50 atm.

Dr. K. Winkler berichtet über die Störungen in Welheim durch
Propanhydrat. Beim Anfahren der Sumpfphase bei 650 atm im Herbst
1937 war der Gaskreislauf nicht geheizt. Es wurde Wasser in den
Gaskühler und in den Kreislauf zur Vermeidung von Ammonkarbonat-
verstopfungen eingespritzt. Kurz nach dem Anfahren trat, ohne dass
die Aussentemperatur besonders niedrig gewesen wäre, im Kreislauf
in der 70er Leitung Propanhydratbildung auf. Das Propanhydrat
konnte in Stangen aus den Leitungen herausgezogen werden. Seit-
dem wird der ganze Kreislauf auf 30-35° C aufgeheizt und kein
Wasser mehr in den Kreislauf eingespritzt. Es wird darauf ge-
achtet, dass kein flüssiges Wasser im Kreislauf ist unter der
Annahme, dass sich nur dann Gashydrat bildet, wenn Wasser in
flüssiger Form vorhanden ist. Nach dieser Massnahme sind keine

Propanhydrat-Störungen mehr aufgetreten.

Um Ammonkarbonat-Bildung zu vermeiden, hat Welheim jetzt im Kreislauf keine Kohlensäure mehr, nur noch Ammoniak. Dies wird dadurch erreicht, dass das CO_2 -haltige Frischgas erst kurz vor der Druckflasche des Kreislaufes oder unmittelbar vor dem Kammerzugang abgegeben und alles CO_2 vor dem Abstreifer ausgewaschen wird.

Ein zweiter Fall von Störungen durch Gashydratbildung trat im Dezember 1940 in der Gasphase ein. Welheim fährt mit verhältnismässig dichtem Gas (0,340-0,450) und hat keine Ölwäsche. Die Wasserstoffkonzentration beträgt 53-55 %, der Druck 650 atm. Der Gaskühler ist zweifach parallel geschaltet. Man erklärt sich die Störungen so, dass die Strömung durch ein Kühlersystem ausblieb und dadurch die Leitungen kalt wurden. Das Propanhydrat wuchs in die Leitungen hinein. Es konnte beseitigt werden, indem man Dampf durch den Kühler führte.

Ein dritter Fall trat Ende Dezember 1940/Anfang Januar 1941 bei einer neu montierten Sumpfkammer auf; die Kammer wurde zum ersten Mal mit Kreislaufgas aufgefüllt. Wegen Gasknappheit wurde die Kammer nicht mit Wasserstoff, sondern mit Kreislaufgas gefüllt. Alle Möglichkeiten zur Propanhydratbildung waren gegeben. Die Druckdifferenz der Kammer stieg beim Anfahren plötzlich von 3 auf 41 atm. In den Regeneratoren, im Ofen, in den Leitungen, überall fand man Propanhydrat, das sich aus den Kohlenwasserstoffen und dem Wasser der Isolierungen gebildet hatte. Das Auftauen der Leitungen dauerte ca. 14 Tage. Seitdem gilt die Regel, dass man eine neue, noch feuchte Kammer nicht mit Kreislaufgas füllen darf.

In den Vereinigten Staaten entwässert man die Kohlenwasserstoffgase grundsätzlich vollkommen, obwohl es viel Geld kostet.

Dr. Frege ergänzte die Angaben von Dr. Winkler auf Grund der Angaben des verteilten Berichtes, in dem die Vorkommnisse zusammengestellt sind.

Dr. Kuppinger berichtet von Störungen durch Gashydratbildung im Jahre 1936 in der Gasphase Leuna beim Fahren mit 5058 bei der Vorhydrierung. 1938 traten die gleichen Erscheinungen in Barl auf und zwar in grossem Ausmass, auch bei der Vorhydrierung. In beiden Fällen trat in der Kreislaufgasleitung-Saugseite Gashydratbildung ein, wenn die Kammer nur gering belastet waren und viel gasförmige Kohlenwasserstoffe gebildet wurden. Sie konnte vermieden werden, wenn die Wassereinspritzung in den Regenerator abgestellt wurde.

Dr. Urban: In Scholven wurde nirgends die Bildung von Gashydraten beobachtet. Für die Vermeidung von Gashydraten liegen die Verhältnisse bei 300 atm günstiger als bei 700 atm. Scholven hatte Störungen an den parallelgeschalteten Gaskühlern vor der Ölwäsche, die jedoch offenbar auf Ammonkarbonat zurückzuführen waren. Jetzt ist die Regelung getroffen, dass ein Mann alle Viertelstunde die Kühler ansieht, ob sie nicht zu kalt sind.

Die Standmessung und sämtliche Messleitungen werden in Scholven dauernd geheizt. Die Abstreiferprodukte werden durch Drosselung der Produktkühler bei 55/65°C gehalten, sonst tritt Schaumphase ein.

Der Kreislauf ist nicht geheizt und auch nicht isoliert. Scholven hat aber infolge der früheren Bauweise als erstes Steinkohlenhydratwerk kurze Kreisläufe (nur 100-150m), während man heute bei der Errichtung neuer Werke eine möglichst weite Auseinanderziehung der einzelnen Bauten fordert. Die Kammer liegen in Scholven nahe bei dem relativ heissen Umlaufpumpenbau. Der Kreislauf liegt zwischen den Bauten ziemlich geschützt.

In die Sumpfhasekammer werden eingespritzt etwa 800 Liter Wasser/Stk. und Kammer, in der Gasphase die gleiche Menge. Scholven muss Wasser in den Kreislauf einspritzen, weil sonst Ammonsalz nicht genügend herausgeht. Das Frischgas wird vor der Saugflasche zugegeben.

Auch in der Gasphase wurde in Scholven bisher kein Gashydrat beobachtet. Die Abstreifertemperatur beträgt 25-35°C wegen mangelnder Kühlung. Die Rückkühlwerke, die nur für zwei Kammer ausgelegt waren, sind zu knapp für vier Kammer.

Dr. Urban erwähnt ferner von früher, dass bei der Gross-Apparatur-Kammer-803-in-Ludwigshafen-oft-Verstopfungen-in-den-parallel-ten-Rohren-der-Kühler-auftraten.

Dr. Jacob berichtet über Störungen in Gelsenberg. Gelsenberg wurde vor zwei Jahren angefahren. Zu einem Zeitpunkt, als noch kein Wasser in die Kammer eingespritzt wurde, traten in dem Gaskühler Störungen auf, die durch Wassereinspritzung beseitigt werden konnten. Es wurde die Bildung von Ammonkarbonat festgestellt.

Im November 1939 hatte die damals einzige laufende Kammer plötzlich kein Kaltgas mehr. Die Kammer wurde sofort entschlammt. Nach der Notentschlammung wurde die Kammer nochmals mit Gas aufgefüllt. Die Kreislaufleitung wurde auseinander genommen, aber weder Ammonkarbonat noch Propanhydrat festgestellt. Eine Erklrung wurde nicht gefunden. Auch in den Waschern sind Störungen infolge Druckdifferenz vorgekommen. Bei der Untersuchung wurde gefunden, dass sich die Raschigringe ganz zusammengepresst hatten. Auch hier wurde weder Ammonkarbonat noch Propanhydrat gefunden. Vielleicht hatte sich kurz vor dem Wascher Propanhydrat gesteckt, das dann durchgerissen war.

In der Gasphase ist nichts derartiges vorgekommen.

Seit einiger Zeit sind keine Kreislaufstörungen mehr vorgekommen, vielleicht deshalb, weil die Gaskühler so gefahren wurden, dass vor der Waschanlage Temperaturen von 30/35°C gehalten wurden. Das Produkt verlässt den Abstreifer mit einer Temperatur von fast 60°C und wird im Gaskühler nur auf 35°C heruntergekühlt. Die Leitungen zwischen Abstreifer und Kreislauf sind beheizt. Ebenso werden Äste und Umgänge im Kreislauf geheizt. Gelsenberg spritzt in seinen Kreislauf 500 Liter Wasser/Stunde und Kammer ein. Vor dem Kammerkühler werden 1000 Liter je Stunde eingespritzt. Am Ausgang der Kammer und Eingang der Kreislaufgasseite sind 0,05 % Ammoniak und 2,1 % Kohlensäure, d.h. Kohlensäure ist im Überschuss

Dr. Roser berichtet über einen Vorfall in Zeitz aus dem Januar 1940. Eine in Reserve stehende Kammer für TH war während der Frostperiode repariert worden. Als sie dann mit Gas aufgefüllt wurde (16-000-cbm-Gasdurchgang), trat starke Druckdifferenz auf. Die Druckdifferenz konnte im Laufe einiger Stunden erniedrigt, aber nicht ganz beseitigt werden, die Kammer wurde wieder geöffnet. Der Krümmer des Eingangs zu Ofen 2 zeigte starke Durchgangsverengung. Die Verstopfung bestand aus einer schnee-ähnlichen Masse und lieferte beim Auftauen eine Menge Gas. Das Gas wurde untersucht und ergab folgende Analyse:

20 %	Schwefelwasserstoff
25 %	Methan
4,7%	Äthan
27 %	Propan
20 %	Butan
3,7%	höhere Kohlenwasserstoffe.

Wasser wird nicht eingespritzt. Der Kreislauf hat eine Temperatur von 30°C. Im Betrieb wurden sonst keine Störungen festgestellt.

Dr. Peukert: Der Gaskreislauf Rheinbraun hat im Kühler acht Parallelstränge, Druck 500 atm; 15 % Kohlenwasserstoffe im Kreislaufgas; C-Zahl = 1,3. Der Abstreifer muss wegen Schäumens sehr hoch, d.h. bei 70°C gehalten werden. In die Kammer werden 1000 kg/Std. Wasser eingespritzt. Das Kreislaufgas ist hinter dem Abstreifer mit Wasserdampf gesättigt. Im Kreislaufgaskühler wird auf 25°C heruntergekühlt. Dabei sowie auch an verschiedenen Stellen des Kreislaufes wurden Wasserabscheidungen beobachtet. Fines Tages wurde festgestellt, dass einige der acht Stränge des Gaskühlers keinen Durchgang mehr hatten. An den verstopften Stellen wurde Wasser zugesetzt und Dampf eingeleitet; damit wurden alle Stränge wieder frei. Seitdem wird die Kühleraustrittstemperatur auf 30°C gehalten, und Verstopfungen sind nicht mehr aufgetreten. Der Gehalt des Kreislaufgases an Ammoniak beträgt nur einige mg, der Kohlensäuregehalt 2-3 %.

In der Gasphase sind bei 300 atm keine Störungen zu verzeichnen gewesen.

Dr. Hahn berichtet über Störungen in der Standmessung. Diese wurden beseitigt, indem die Leitungen beheizt wurden und ausserdem Frischgas als Spülgas verwendet wurde.

Dr. Schmitt: In der kalten Jahreszeit Ende Januar 1941 stieg bei der 6434-Kammer, die mit geringer Belastung gefahren wurde, ohne dass die Temperatur zurückgenommen wurde, die Druckdifferenz im Produktkühler plötzlich an. Das Auftreten der Druckdifferenz war aber kein zwingender Grund zum Abstellen der Kammer. Als nach einiger Zeit durch Produktmangel Golegenheit geboten war, die Kammer zu untersuchen, wurden Gashydrate gefunden. Das Gashydrat trat auf bei einem Druck von 300 atm und einer Temperatur von 15°C. Die Wassereinspritzung betrug 500 Liter/std. in den letzten Regenerator, 1000 Liter/std. hinter den Produktkühler und 500 Liter/std. je Kammer im Kreislauf. Diese hohe Wassereinspritzung wird durchgeführt, um den Ammoniakgehalt im Kreislauf auf 1-2 mg/obm zu senken.

In der Teersumpfkammer bei 700 atm trat zu Anfang beim Verarbeiten von Generatorsteer wahrscheinlich in der Nähe des Kreislaufkühlers Verstopfung auf. Die Abstreifortemperatur lag bei 30/35°C. Bei niedrigerem Druck gelang es, den Gasedurchgang wiederherzustellen. Es wurde auf das Vorhandensein von Kohlenwasserstoffhydraten geschlossen. Der Abstreifer wurde dann bei 50/60°C gefahren, und es wurden keine Verstopfungen mehr beobachtet.

II. Dr. Nonnenmacher gibt eine Literaturübersicht über Gashydrate. Das Referat ist als Anlage 1 beigelegt.

III. Dipl.Ing.Schappert berichtet über den Gaskreislauf bei 700 atm, besonders vom Standpunkt der Messtechnik aus. Das Referat ist als Anlage 2 beigelegt.

Dr.Urban: Scholven hat eine Druckdifferenzmessung der genannten Kammer, es wird die Druckdifferenz der Ölwäsche einschließlich der Kreislaufgaskühlung gemessen, wo eine Gashydratbildung möglich wäre. Der Umgang um die Ölwäsche kann bei Störungen durch Schnellschlussventil betätigt werden. Diese Ventile befinden sich auf einem kleinen Raum von 2 qm, sodass es möglich ist, sie innerhalb weniger Sekunden auch von Hand zu betätigen. Die Beheizung dieser kleinen Fläche ist vorgesehen und leicht durchzuführen.

Scholven hat auf der Kohle-Seite keine elektrischen Ventile, sondern ölgesteuerte Ventile. Ölgesteuerte Ventile haben sich auf der Kohle-Seite besser bewährt.

Dr.Kuppinger zeigt eine schematische Darstellung des Leuna-Kreislaufes. Der Kreislauf ist ungefähr zusammen 1200 m lang. Druck 250 atm. Die Druckdifferenzen werden in Leuna mit gewöhnlichen Manometern der Firma Eckardt gemessen. Die Druckdifferenz beträgt in Leuna nur 27-28 atm. In jeder Kammer ist ein Zeigermanometer. Bei 200 atm zeigen diese Manometer genügend genau an, andere Messungen sind nicht eingebaut. Dr.Kuppinger erwähnte, dass Leuna anstelle der von Dipl.Ing.Schappert vorgeschlagenen Mengmessungen in den parallelen Leitungen eine Mengmessung in der Kreislaufgasumgangsleitung hätte. Dipl.Ing.Schappert befürchtete, dass diese Messung sehr starken Stößen ausgesetzt sei, während die vorgeschlagenen Mengmessungen in den parallelen Strängen genügend abgepuffert seien.

Brabag: Bei der Brabag sind grundsätzlich die gleichen Messeinrichtungen wie in Leuna. Die Kreislaufdruckdifferenzmessungen werden nach dem Leuna-System gemessen.

Dr. Freese: In Welheim werden die Kreislaufdruckdifferenzen doppelt gemessen. Welheim hat zwei schreibende luftgesteuerte Manometer. An diesen Manometern werden aber viele Trägheitserscheinungen beobachtet. Sie schlagen bei einer eintretenden Druckdifferenz gut aus, aber u.B. bei 50 atm Druckdifferenz dauert es 2-3 Minuten, ehe die Manometer den Endausschlag erreicht haben.

Obering, Egli berichtet über die Trägheit der luftgesteuerten Manometer. Systematische Messungen ergaben bei stärkeren Druckdifferenzen Versögerungen von 2-4 Minuten bis zur Erreichung des Endausschlages, während die Kolbendifferenzmanometer nur eine Versögerung von wenigen Sekunden haben. Herr Egli schlägt daher vor, an den wichtigsten Stellen der Kreislaufdruckdifferenzhaltung ein luftgesteuertes und ein Kolbendifferenzmanometer parallel einzubauen.

Der Bedienungsmann reguliert am einfachsten nach dem luftgesteuerten Manometer. Er ist jedoch in der Lage, abnormale Druckspitzen an dem Kolbendifferenzmanometer zu erkennen. Gelsenberg hat überlegt, ob man dem Mann, der die Druckdifferenzhaltung bedient, die Freiheit gibt, die Druckdifferenz der Umlaufpumpen zu erhöhen, wenn Störungen auftreten. Man kam aber zu der Ansicht, dass der Mann durch das selbständige Verändern der Umlaufpumpendruckdifferenzen mehr schaden als nützen kann.

IV. Dr. Jacobi: Bei Gasedurchgangsstörungen wird sofort entschlammt. Es wird zuerst der erste Ofen jeder Kammer entschlammt, dann Ofen 2, 3 und 4.

Dr. K. Winkler/Dr. Freese: In Welheim entschlammt man gleichfalls zuerst den ersten Ofen. Welheim hat keine elektrisch gesteuerten Ventile. Die Ventile müssen von Hand bedient werden. Für die Notentschlammung des ersten Ofens müssen zwei Ventile geöffnet werden. Danach werden die Ofen 2, 3 und 4 entspannt.

Dr. Urban Scholven betätigt immer, wenn Temperaturerhöhungen in den Öfen auftreten, die Notentschlammung. Es werden alle Öfen gleichzeitig entschlammt. Meist kann man bereits nach sechs Stunden schon wieder mit der vollen Breimenge fahren.

Dr. Pier regte an, im Zusammenhang mit dem Unfall in Pöhlitz zu überlegen, ob man nicht wieder Zündstellen in den Kammern vorsieht. Auch wies er auf die Erfahrung hin, dass in den meisten Fällen eine Entzündung beim Ausströmen von Gas oder brennbaren Flüssigkeiten zustande komme. Hierüber entspann sich eine längere Diskussion, in der unter anderem

Dr. K. Winkler ausführte, dass je höher der Druck ist, desto leichter sich die austretenden Gase entzünden. In einem Fall habe sich jedoch das austretende Gas in einer 700 atm-Kammer in Leuna zu spät entzündet. Die Entzündung der Gemischwolke hatte eine sehr grosse Fernwirkung.

Dr. Pier: Aus den Bildern, die Dr. Wissel zeigte, geht hervor, dass man sich überlegen muss, wie man die senkrechten Rohrleitungen in den Kammern sichern kann oder wie man die Öfen auf dem kürzesten Weg oben miteinander verbindet. Man sollte die senkrechten Stücke möglichst vermeiden.

Obering. Berger skizziert einen Vorschlag, die langen heissen Verbindungsleitungen dadurch zu vermeiden, dass man die Steigleitungen in die Öfen mittels Tauchrohren legt und die Öfen lediglich durch kurze Verbindungsleitungen oben miteinander verbindet. Die Länge der Verbindungsstücke wird so nur $\frac{1}{5}$ der jetzigen Steigleitungen betragen.

Konstruktiv ist die Durchführung ohne weiteres möglich. Besondere Sorgfalt muss in diesem Falle auf die Wärmeausdehnungen der heissen Verbindungsrohre gelegt werden.

Das Tauchrohr müsste zwecks Vermeidung von Verkokung am mittleren Rande des Ofens nach unten geführt werden, ähnlich wie dies beim Heissabscheider der Fall ist.

Es wurde auch der Vorschlag gemacht, jeweils das aus dem Ofen austretende Gebrätstück absichtlich zu verschwächen, um sozusagen eine Plattscheibe "beim Durchgehen der Ofen" zu schaffen.

Eine derartige Verschwächung ist möglich und praktisch ausführbar, wenn lediglich der obere Sektor (halber Umfang) eines Passrohres auf eine Länge von etwa 1 m auf Bundrohrwandstärke abgedreht wird.

Anlesen.

Gas Hydrates

Vorzimmer Dr. Dr. Pflor

Ruhröl G.m.b.H.
Hugo Stianos Werke,

B o t t r o p .

HOCHDRUCKVERSUCHE 14.1.1942. Be/Lo.
P/In 558.

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 15.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 4.12.1941 besprochenen Massnahmen zur Vermeidung von Gaskreislaufstörungen durch Verstopfungen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage fügen wir nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Wir werden versuchen, auch theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Gashydraten aus Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln und wiederholen nochmals unsere Bitte, uns für die Ausführung von Gleichgewichtsberechnungen die Unterlagen so ausführlich wie möglich zur Verfügung zu stellen. Wir benötigen dafür die Angaben über das Schaltbild der Gaskreisläufe sowie der Betriebsbedingungen, die Gasmengen, Temperaturen und Zusammensetzung der Gase an den wichtigsten Stellen (auch vom Frischgas) sowie die Einspritzmengen von Wasser und Öl. Diese Angaben werden sowohl für den Fall der Bildung von Gashydraten wie auch für den Normalfall benötigt. Zu Ihrer Erleichterung legen wir Ihnen noch einen Fragebogen bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammerwände bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zugesandt.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit jedes Werk nochmals darauf hinweisen, uns im Rahmen des Erfahrungsaustausches alle die

79903

Hochdruckversuche

Ruhröl f.a.m.b.H.

Hugo Sinnas Werke, Böttrop. P/Lu 558. 14.1.42. 2

wichtigen Störungen und besonderen Vorkommnisse sowie die Massnahmen zur Behebung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Heil Hitler!

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. i. V. Simon

H. Simon

Anlagen.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Hydrierwerk Pölitz
Aktiengesellschaft

Pö l i t z - P ö l i t z

HOCHDRUCKVERSUCHE 14.1.1942 Be/K1
P/Lu 558

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 15.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 4.12.1941 besprochenen Maßnahmen zur Vermeidung von Gaskreislaufstörungen durch Verstopfungen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage fügen wir nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Wir werden versuchen, auch theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Gashydraten aus Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln und wiederholen nochmals unsere Bitte, uns für die Ausführung von Gleichgewichtsberechnungen die Unterlagen so ausführlich wie möglich zur Verfügung zu stellen. Wir benötigen dafür die Angaben über das Schaltbild der Gaskreisläufe sowie der Betriebsbedingungen, die Gasmengen, Temperaturen und Zusammensetzung der Gase an den wichtigsten Stellen (auch vom Frischgas) sowie die Einspritzmengen von Wasser und Öl. Diese Angaben werden sowohl für den Fall der Bildung von Gashydraten wie auch für den Normalfall benötigt. Zu Ihrer Erleichterung legen wir Ihnen noch einen Fragebogen bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammerwände bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zugesandt.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit jedes Werk nochmals darauf hinweisen, uns im Rahmen des Erfahrungsaustausches

76204

Hochdruckversuche

Hydrierwerk Pöhlitz A.G.,
Pöhlitz-Pöhlitz.

14.1.1942 - 2 -

alle die wichtigen Störungen und besonderen Vorkommnisse sowie die Maßnahmen zur Behebung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuproduktionen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Heil Hitler!

I.G. FARBENWERKE AG. AKTIENR. LICHTAUF

gez. I. V. Simon *gg gg Klee*

Anlagen.

Hochdruckversuch

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pfler

Ausgangspunkt: Hochdruckversuch

Hyd. Versuch

1.1.1942 / 1.1.1942

Kostenrechnung vom 1.1.1942 bis 31.12.1942
1/1942

Ergebnisse der Hochdruckversuche im Jahre 1941

In unserer Schreibung vom 1.1.1941 teilten wir Ihnen bereits mit, dass in der Sitzung vom 1.12.1941 besprochenen Beschlüssen zur Vermeidung von Leckstellenlaufstörungen durch Verfärbungen (besonders Naphthalen) mit. In der Folge führe ich Ihnen den ausführlichen Besprechungsprotokoll bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den von der Wasserwerke bezieht, die mit dem sich darauf ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zu sehen.

Sie möchten bei dieser Gelegenheit jedoch noch nochmals darauf hinweisen, dass im Rahmen des Abkommens zwischen uns die richtigen Bedingungen und besonderen Vorkehrungen sowie die Maßnahmen zur Vermeidung von auftretenden Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Gleichzeitig danken wir Ihnen für Ihre Mitteilung vom 9.1.1942, mit der Sie uns die für die geplanten Gleichgewichtsrechnungen erforderlichen Betriebsdaten übermittelten. Zur Kenntnisnahme legen wir Ihnen einen Fragebogen bei, den wir an die anderen Werke, von denen wir noch keine Unterlagen erhalten haben, übersandt. Aufgrund des Materials werden wir versuchen, auch

79801

694

Hochdruckversuche

Ammoniakwerk Herzoburg G.m.b.H.
Hydrirung, Leuna-Lenge.

F/M-569. 14.1.42. 2

theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Gashydraten aus
Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln.

K e i l H i t l e r

I.S. JARBEIN U.F. H. S. T. P. N. S. H. L. S. H. P. P.

gr. 1.7. D. 1940 gr. 1.7. D. 1940

Anlagen.

D. an Betriebskontrolle Me.

Hochdruckversuche

Vorzimmer Dr. Dr. Pflü

Sudetenländische Treibstoffwerke
Aktiengesellschaft,

Malthouern über Brdx.

Hochdruckversuche 14.1.1942. Sa/Lo.
P/Lu 533.

Erfahrungsaustauschbesprechungen in Ludwigsaußen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 12.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 4.12.1941 besprochenen Ausnahmen zur Vermeidung von Gasstauungserscheinungen durch Verschlüssen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage finden Sie nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Wir wärdten versuchen, auch hinsichtlich der Bedingungen für die Bildnng von Gashydraten ein Erfahrungsaustausch zu ermitteln und weiterholen wöchtele unternimmt, was für die Ausführung von Gleichrichtungsrechnungen die Unterlagen so ausführlich wie möglich zur Verfügung zu stellen. Wir benötigen dafür die Angaben über das Schichtbild der Gasleitungen sowie der Betriebsbedingungen, die Gasarten, die Temperaturen und Zusammensetzung der Gase an den wichtigsten Stellen (auch von Frischgas) sowie die Einspritzmengen von Wasser und Öl. Diese Angaben werden sowohl für den Fall der Bildung von Gashydraten als auch für den Normalfall benötigt. Zu Ihrer Erleichterung legen wir Ihnen noch einen Fragebogen bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammerstunde bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem besonderen Bericht zugesandt.

Wir wöchtele bei dieser Gelegenheit jedes Vernehmlichals dafür hinweisen, uns in Rahmen des Erfahrungsaustausches alle die

79806

696

Hochdruckversuche

Sudetenland-Trolbitoffwerke A.G.
Mattheuern über Brück.

P/Lu 888. 14.1.42. 2

wichtigen Störungen und besonderen Vorkommnisse sowie die Massnahmen zur Behebung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzutheilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Heil Hitler!
I.G. FARBE-INDUSTRIEN AG. SELLIGEN

J. V. Skop

Handwritten signature

Anlagen.

Hochdruckversuche

Zurück an
Vorzimmer Dr. Dehler

Union Rheinische Braunkohlen
Kraftstoff A.G.

Köln / Rhein.
Kaiser Friedrich-Ufer 47.

HOCHDRUCKVERSUCHE 14.1.1942. 39/La.
P/Lu 558.

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 15.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 1.12.1941 besprochenen Maßnahmen zur Vermeidung von Gaswiskaufstrungen durch Verstopfungen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage fügen wir nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Wir werden versuchen, auch theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Gashydraten aus Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln und wiederholen nochmals unsere Bitte, uns für die Ausführung von Gleichgewichtsberechnungen die Unterlagen so ausführlich wie möglich zur Verfügung zu stellen. Wir benötigen dafür die Angaben über das Schaltbild der Gasreinläufe sowie der Betriebsbedingungen, die Gasengen, Temperaturen und Zusammensetzung der Gase an den wichtigsten Stellen (auch von Frischgas) sowie die Einspritzmengen von Wasser und Öl. Diese Angaben werden sowohl für den Fall der Bildung von Gashydraten wie auch für den Normalfall benötigt. Zu Ihrer Erleichterung legen wir Ihnen noch einen Fragebogen bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammernwände bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zugesandt.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit jedes Werk nochmals darauf hinweisen, uns im Rahmen des Erfahrungsaustausches alle die

-2-

79801

698

Hechdruckversuche

Gelsenberg-Benzin A.G.,
Gelsenkirchen.

P/Lu 558. 14.1.42. 2

wichtigen Störungen und besonderen Vorkommlase sowie die Massnahmen zur Behebung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Heil Hitler!

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. I. V. Simon *ggg ggm Kleber*

Anlagen.

Hochdruckversuche

Zurück an
Vorzimmer von Dr. Piar

Gelsenberg Benzin
Aktiengesellschaft,

Gelsenkirchen.

Postfach 15.

HOCHDRUCKVERSUCHE 14.1.1942. Ge/He.
P/ Lu 358.

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 15.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 4.12.1941 besprochenen Massnahmen zur Vermeidung von Gaskreislaufstörungen durch Verstopfungen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage fügen wir nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Wir werden versuchen, auch theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Gashydraten aus Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln und wiederholen nochmals unsere Bitte, uns für die Ausführung von Gleichgewichtsberechnungen die Unterlagen so ausführlich wie möglich zur Verfügung zu stellen. Wir benötigen dafür die Angaben über das Schaltbild der Gaskreisläufe sowie der Betriebsbedingungen, die Gasmengen, Temperaturen und Zusammensetzung der Gase an den wichtigsten Stellen (auch vom Frischgas) sowie die Einspritzmengen von Wasser und Öl. Diese Angaben werden sowohl für den Fall der Bildung von Gashydraten wie auch für den Normalfall benötigt. Zu Ihrer Erleichterung legen wir Ihnen noch einen Fragebogen bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammerwände bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zugesandt.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit jedes Werk nochmals darauf hinweisen, uns im Rahmen des Erfahrungsaustausches alle die

74806

700

Hochdruckversuche

Union Rheinische Braunkohlen
Kraftstoff A.G., Köln.

P/Lu 558. 14.1.42. 2

wichtigen Störungen und besonderen Vorkommnisse sowie die Maßnahmen zur Behebung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

H e i l H i t l e r !

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. i. V. Simon *gg. Kleeber*

Anlagen.

Hochdruckversuche

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Braunkohle Benzol A.G.
Hauptverwaltung,

B e r l i n O 2.
Schinkelplatz 1.

HOCHDRUCKVERSUCHE 14.1.1942. Be/Le.
F/Dn 558.

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 18.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 4.12.1941 besprochenen Massnahmen zur Vermeidung von Gaskreislaufstörungen durch Verstopfungen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage fügen wir nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammerwände bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zugesandt.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit jedes Werk nochmals darauf hinweisen, uns im Rahmen des Erfahrungsaustausches alle die wichtigen Störungen und besonderen Vorkommnisse sowie die Massnahmen zur Behebung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Gleichzeitig danken wir Ihnen für Ihre Mitteilung vom 12.1.1941, mit der Sie uns die für die geplanten Gleichgewichtsberechnungen erforderlichen Betriebsdaten übermittelten. Zur Kenntnisnahme legen wir Ihnen einen Fragebogen bei, den wir an die anderen Werke, von denen wir noch keine Unterlagen erhalten haben, übersandten. Aufgrund des Materials werden wir versuchen, auch

-2-

79810

702

Hochdruckversuch

Braunkohle-Benzin A.G.
Hauptverwaltung, Berlin C 2.

P/Lu 558. 14.1.42

3

theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Sashydraten aus
Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln.

Heil Hitler!
I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. i. V. Simon

Anlagen.

703

Hochdruckversuche

Vorzimmer

Oberschlesische Hydrierwerke
Aktiengesellschaft,

B l o c h h a m m e r

HOCHDRUCKVERSUCHE 14.1.1942 Be/Ki
P/La 558

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 15.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 4.12.1941 besprochenen Maßnahmen zur Vermeidung von Gaskreislaufstörungen durch Verstopfungen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage fügen wir nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Wir werden versuchen, auch theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Gashydraten aus Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln und wiederholen nochmals unsere Bitte, uns für die Ausführung von Gleichgewichtsberechnungen die Unterlagen so ausführlich wie möglich zur Verfügung zu stellen. Wir benötigen dafür die Angaben über das Schaltbild der Gaskreisläufe sowie der Betriebsbedingungen, die Gasmengen, Temperaturen und Zusammensetzung der Gase an den wichtigsten Stellen (auch vom Frischgas) sowie die Einspritzmengen von Wasser und Öl. Diese Angaben werden sowohl für den Fall der Bildung von Gashydraten wie auch für den Normalfall benötigt. Zu Ihrer Erleichterung legen wir Ihnen noch einen Fragebogen bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammerwände bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zugesandt.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit jedes Werk nochmals darauf hinweisen, uns im Rahmen des Erfahrungsaustausches

Hochdruckversuche

Wintershall A.G. Werk Lützkendorf
Kruppa (Geiseltal) b. Morseburg.

P/Lu 558. 14.1.42. 2

wichtigen Störungen und besonderen Vorkommnisse sowie die Massnahmen zur Behebung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Heil Hitler!

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. I. V. Simon

gg pp Weber

Anlagen.

Hochdruckversuche

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Wintershall Aktiengesellschaft
Werk Lützkendorf,

K r u m p a (Geiseltal)
b. Herzberg.

HOCHDRUCKVERSUCHE 14.1.1942. B6/Le.
V/La 558.

Erfahrungsaustauschbesprechung in Ludwigshafen am 4.12.1941.

In unserem Schreiben vom 15.12.1941 teilten wir Ihnen bereits kurz die in der Sitzung am 4.12.1941 besprochenen Massnahmen zur Vermeidung von Gaskreislaufstörungen durch Verstopfungen (besonders Gashydraten) mit. In der Anlage führen wir nunmehr den ausführlichen Besprechungsbericht bei.

Wir werden versuchen, auch theoretisch die Bedingungen für die Bildung von Gashydraten aus Kohlenwasserstoffgemischen zu ermitteln und wiederholen nochmals unsere Bitte, uns für die Ausführung von Gleichgewichtsberechnungen die Unterlagen so ausführlich wie möglich zur Verfügung zu stellen. Wir benötigen dafür die Angaben über das Schaltbild der Gaskreisläufe sowie der Betriebsbedingungen, die Gasmengen, Temperaturen und Zusammensetzung der Gase an den wichtigsten Stellen (auch vom Frischgas) sowie die Einspritzmengen von Wasser und Öl. Diese Angaben werden sowohl für den Fall der Bildung von Gashydraten wie auch für den Normalfall benötigt. Zu Ihrer Erleichterung legen wir Ihnen noch einen Fragebogen bei.

Der Teil der Besprechung, der sich auf den Bau der Kammerwände bezieht, wird mit den sich daraus ergebenden Folgerungen in einem gesonderten Bericht zugesandt.

Wir möchten bei dieser Gelegenheit jedes Werk nochmals darauf hinweisen, uns im Rahmen des Erfahrungsaustausches alle die

79809

706

Hochdruckversuche

Oberschlesische Hydrierwerke A.G.,
Elschhammer.

14.1.1942 - 2 -

alle die wichtigen Störungen und besonderen Vorkommnisse sowie die Maßnahmen zur Beseitigung von aufgetretenen Schwierigkeiten mitzuteilen, die auch für die anderen Hydrierwerke und Neuprojektierungen von allgemeiner Bedeutung sind und dort zur Vermeidung von Störungen und Unfällen beitragen können.

Heil Hitler!

I.G. FARBENWERKE AG. AKTIENDELEGATION

gez. I. V. Simon *ff. ff. Weber*

Anlagen.

707

HYDRIERWERKE POLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS: Hydrierwerke Pölitz Aktiengesellschaft, Stettin-Pölitz
DRAHTWORT: Hydro Stettin-Pölitz
FERNSPRECHER: Stettin-Pölitz 311
FERNSCHREIBER: K 1 Berlin 423
GESCHAFTSZEIT: 8-17
POSTCHECK: Stettin 500
Sonntag: 8-12

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Abt. Hochdruckversuche
Ludwigshafen a. Rh.

Dr. Pfla
T-313

Ihre Zeichen: Hochdruckvers. H/Lu 558
Ihre Nachricht vom: 14. 1. 42.
Unsere Nachricht vom:
Unsere Zeichen: Sch/Du
STETTIN-PÖLITZ
18. 2. 1942

Beitrag: Gashydrat.

Bezugnehmend auf Ihr Schreiben vom 14. 1. 42. übersenden wir Ihnen wunschgemäß die aufgrund Ihres Fragebogens zusammengestellten Betriebsbedingungen der Gasphase und Sumpphase für die verschiedenen Fälle der Bildung bzw. Vermeidung von Gashydraten.

Was die drei Fälle der Gashydratbildung in unserer Anlage anbelangt, trifft ist zu bemerken, daß zur Vermeidung von Gashydraten

1. die Abstreifertemperatur in der Sumpphase auf jeden Fall über 60° gehalten wird,
2. die Sumpphase-Kreisläufe sowohl druck- wie saugseitig beheizt und isoliert worden sind,
3. Stagenkühler in der Gasphase mit einer Warmwasser-Rückführung versehen wurden, sodaß in der kälteren Jahreszeit der Kühlwassersulauf immer auf Temperaturen um 10° gehalten werden kann.

Wir hoffen, Ihnen mit diesen Angaben gedient zu haben und verbleiben mit

Heiß: Hitler!

HYDRIERWERKE POLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

5 Anlagen

Pölitz, den 14. Februar 1942
Bz. KJ

Herrn
Dir. Dr. Wissel

im Hause

Aktennotiz
Unterlagen zur Gnahydrat-Bildung

An der Propaghydratverstopfung bei Kammer 11 am 25. 11. 40 ist zu bemerken, daß die Hydratbildung im Kreislaufkühler stattgefunden hat, als die Abstreifertemperatur (7-Element) nicht wie sonst bei Steinkohlenprodukten bei 70°, sondern nur bei 30 - 35° gehalten worden war.

Die Hydratbildung im Kreislauf am 21. 11. 40 anlässlich der die Kammern 13 und 15 hochgingen, wurde verursacht durch den Ausfall des Wasserwerks (infolge Eiskiesbildung am Milaufsuwerk) und durch die damit verbundene Unterbrechung der Strom- und Dampferzeugung. Obwohl die Abstreifertemperatur vorübergehend auf über 100° angestiegen war, kühlte sich der lange Kreislauf 111 durch den starken Kälteeinbruch mangels einer Heizung bis auf 7° ab.

Die Hydratbildung in der Gasphase, Kammer 4 am 28. 1. 41 trat im Produktkühler auf. Die angegebene Temperatur des Abstreifers von 33° darf nicht täuschen, da sie eine sekundäre Erscheinung darstellt. Das 7-Element sollte infolge zu starker Kühlung vorher vorübergehend Temperaturen unter 10° erreichen. Die damit verbundene Promanhydratbildung verstopfte den Kühler bis auf 2 Stränge, die die Kühlung des gesamten Produktes übernehmen mußten. Die hohe Belastung dieser Kühlerstränge brachte es mit sich, daß trotz völlig ausgeführter Wasserzufuhr die Temperatur des 7-Elementes auf 33° anstieg.

Anlagen

- Dr. Schmidt
- Dr. Buchwalter
- Dr. Montfort
- BR

gez. Köcher
gez. Ehrke

Copy
Abschrift. K1

Hydrierwerke Pölitz
Aktiengesellschaft
Hydrogenation Works Pölitz A.G.

Pölitz, den 14. Februar 1942
BH/K8

T-313

Vapor Phase

	1/15/1942 (no hydrate formation) am 15.1.1942 (ohne Hydratbildung)		1/28/41 (formation of hydrates) am 28.1.41 Hydratbildung bei Sta. 4 (6434)					
K a m m e r n	6434 (Abt. 3,4,5)	5058 (Abt. 6,7,8)	6434 (Abt. 3,4,5)	5058 (Abt. 6,7,8)				
Druck U-Pumpe Circulation pump pressure side, atm.	319	320	321	321				
" " Saugseite, atm.	283	285	290	290				
Druck an Pressstelle Pressure at hydrate der Hydratbildung Formed	---	---	300	300				
Wasser wasserreg. Heat exch. Water reg. product cooler	500	500	500	500				
" " Produkt-Kühler " " in dem Kreislauf	800	1.000	500	500				
" " in dem Kreislauf	100	200	400	400				
Abstreifer Water free	je 10 - 13 each	je 16 - 21 each	15	15				
Temperatur des Abstreifers Catch pot. temper.	15 - 20°	15 - 20°	(temporarily 30° (zeitw. 10°))	(temporarily 30° (zeitw. 10°))				
Ausgangsgas Exit gas	100.000 (3,4,5)	130.000 (6,7,8)	41.000 (4)	41.000 (4)				
Temp. d. Risi-Druckseite Circuit temp. pressure side	34°	39°	27°	27°				
" " " Saugseite " " " suction side	19°	21°	19°	19°				
Frischgase Fresh gas	13.000 (3,4,5)	29.000	ca. 4.000	ca. 4.000				
Mischöl scrubber Oil scrubber	No. oil scrubber needed							
Zusammensetzung Composition of circulation gas Kreislaufgases	Pressure side	Saugseite	Pressure side	Saugseite	Pressure side	Saugseite		
	CO ₂	0,0	0,0	0,9	0,9	CO ₂	0,3	0,0
	H ₂ S	0,0	0,0	0,0	0,0	H ₂ S	0,0	0,0
	O ₂	0,0	0,0	0,0	0,0	O ₂	0,0	0,0
	H ₂	93,1	91,0	91,0	90,5	H ₂	94,6	94,2
	CO	0,4	0,6	0,1	0,2	CO	0,0	0,0
	N ₂	3,9	5,0	4,8	4,0	N ₂	2,4	3,0
	Hydrocarb.	2,6	2,9	3,0	4,0	Hydrocarb.	2,7	2,8
	C-Kohlen	1,66	2,21	1,46	1,52	C-Kohlen	2,76	3,0
	NH ₃	0,003 g/m ³	0,004 g/m ³	0,009 g/m ³	0,054 g/m ³	NH ₃	0,003 g/m ³	0,007 g/m ³
Zusammensetzung Composition of make-up gas Frischgases	CO ₂	0,0			CO ₂	0,0		
	H ₂ S	0,0			H ₂ S	0,0		
	NH ₃	0,0			NH ₃	0,0		
	O ₂	0,0			O ₂	0,0		
	CO	0,0			CO	0,0		
	H ₂	97,0			H ₂	97,2		
	Hydrocarb.	0,6			Hydrocarb.	0,5		
	C-Kohlen	1,0			C-Kohlen	1,0		
N ₂	2,4			N ₂	2,3			

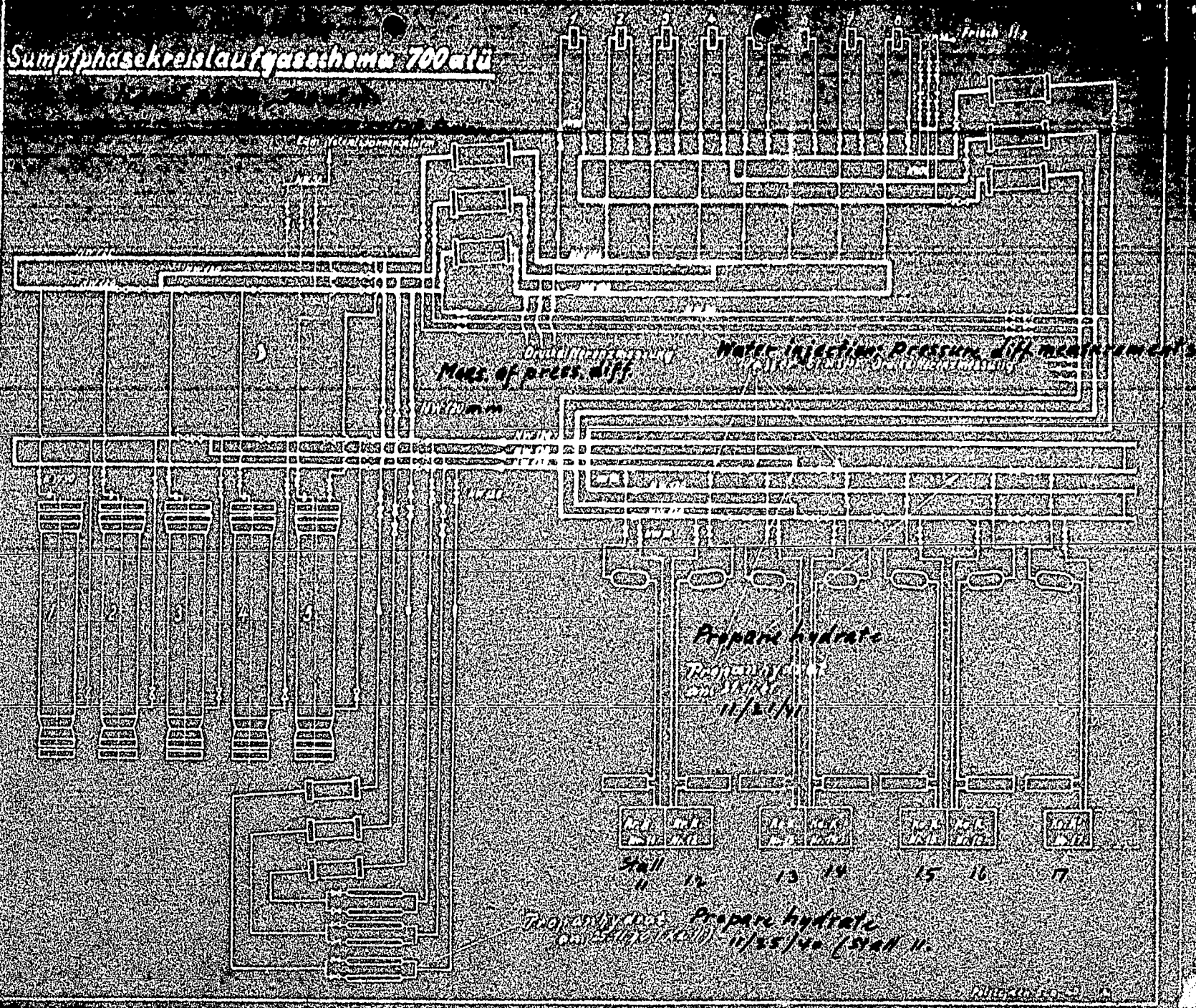
T-313

Liquid Phase
Sump phase

Stalls No. Kammer Nr.	15.1. 1942 no (hydrate formation)				11/20 1940	11/21/41 Hydr. form. t. Circuit I, II, III Kreislaufgas-Stopfung Kammer 15 und 15.			
	11	12	13	15	bei Kammer II				
Druck U-Pumpe druckseitig	708	708	708	708	707	704 (I) 705 (II) 704 (III)			
Druck U-Pumpe saugseitig	649	649	649	649	650	650	645	645	
Druck in der Hydratbildung					663	alt ca. 655			
Wasser l/h	1,300	1,300	1,300	1,300	500	je 1,000			
Wasser vor Reg. III	500	500	500	500	500	je 800			
Wasser in dem Kreislauf	200	200	300	300	500	je 500			
Abstreifer ohne H ₂ O	12	16	16	16	10	17			
Temperatur des Abstreifers	70°	70°	75°	70°	30 - 35°	70°			
Ausgangsgas, alle Ställe	160,000				35,000 (11)	130,000 (11, 12, 13, 15)			
Temp. Kreislaufgas druckseitig	I 59°		II 59°		III 56°	56°			
Temp. Kreislaufgas saugseitig	48°		48°		38°	37° (I, II, III)			
Temperatur Gascooler	36°		38°		abt. 15°	35° (I) 38° (II) 7° (III)			
Temperatur nach Gascooler	32°		33°		abt. 15°	abt. 30°			
Frischgasmenge m ³ /hr	40,000				10,000	60,000 (Kammer I) ca. 25,000			
Zugabe Öl	1. und 2. druckseitig				1. druckseitig	1. und 3. druckseitig			
Menge des Scrubbers	70				0,1 Scrubber noch nicht in Betrieb	100			
Temperatur des Scrubbers	35°				0,1 Scrubber noch nicht in Betrieb	30°			
Composition of circulation Zusammensetzung des Kreislaufgases in Vol. %	Pressure side 1 und 2	Suction side 1 2		Pressure side	Suction side	Pressure side 1, 2 u. 3	Suction side I	Saugseite III	
	CO ₂	0,1	1,0	1,4	0,0	0,0	0,1	0,3	
	H ₂ S	0,0	0,2	0,5	0,0	0,0	0,0	0,1	
	O ₂	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	
	H ₂	87,9	76,0	76,7	86,4	85,6	82,3	75,0	78,1
	CO	1,1	0,5	0,5	0,0	0,0	0,9	1,7	0,9
	N ₂	1,2	6,9	7,4	8,4	8,6	6,2	7,0	8,0
	Hydroc.	9,7	13,9	13,1	5,2	5,8	7,7	15,3	14,6
	C-Näher	4,2	1,35	1,44	1,19	1,31	1,37	1,37	1,32
	Cn-Hm	0,0	0,4	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
NH ₃ g/m ³		0,007	0,007		0,078	0,01	0,02	0,025	
Frischgasanalysen Composition of make-up gas	H ₂	96,8			97,0	97,1			
	hydröcarb.	0,6			0,6	0,4			
	C-Näher	1,00			1,00	1,0			
	N ₂	2,6			2,4	2,5			

No vacuum installation available.
x) Vakuum-Anlage ist nicht vorhanden.

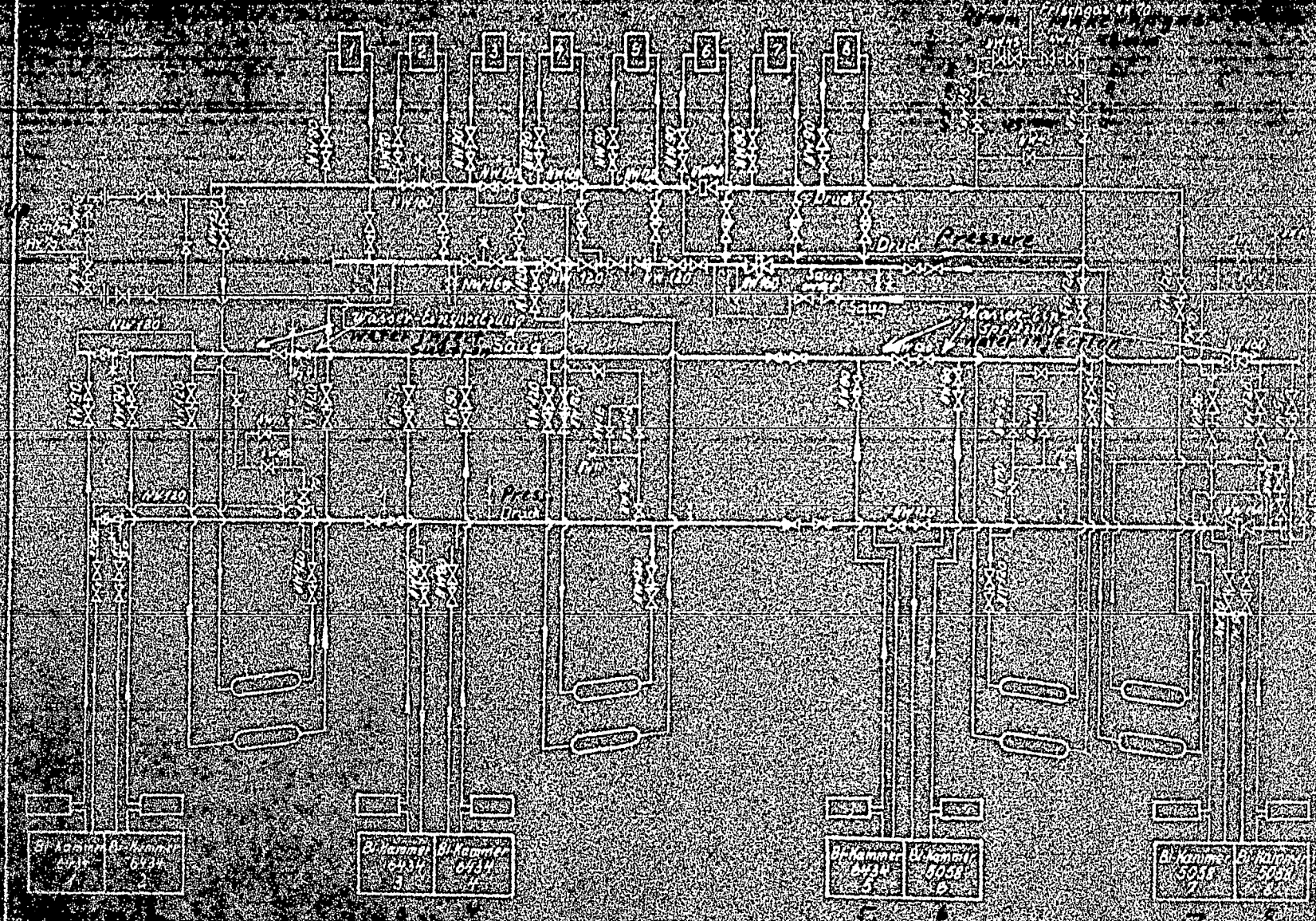
Sumpfphasekreislaufgasethema 700atü



212

T-313

Bi-Phasekreislaufschema (300atü)



1-3/8

THREE PAPERS ON GAS HYDRATES

I

High Pressure Experiments
Lu 558

December 4, 1941

Report on Discussions of Dec. 4, 1947 in
Ludwigshafen/Rhein

- I. Report from Pölitz on the shut-down of a coal stall. Information on similar occurrences at other plants, in particular about plugging up through the formation of gas hydrates, ammonium carbonate, etc. Technical precautions to avoid gas hydrates.
 - II. Literature on gas hydrates. (Translated by Dr. Kandiner, Bureau of Mines, Pittsburgh, listed in Louisiana Coal Hydrogenation Plant file as T-316.
 - III. Control of the pressure differences produced during the plugging. Translation T-73, Bureau of Mines.
 - IV. Discussion of other experience during disruption of operations in high pressure stalls (emergency HOLD, bursts of flame, connections between converters).
- I...Dr. Wissel reports about a shut-down of the coal stalls 13 and 15 in Pölitz.

There are four coal stalls in Pölitz, in groups of two on one circuit. The pressure difference in the circuit amounted to 60 atm. The pressure difference per coal stall amounted to 30 atm. On the pressure side, the gas circuit is supplied to the stalls in two bundles, separate from the gas circuit of the tar stalls; on the suction side the gas of the tar stalls is no longer carried separately, and there are therefore three parallel bundles. The make-up hydrogen is added to the circulation pumps on the pressure side.

About 8 days before the day of the accident a strong retrenchment of operations became necessary because of formation of ice

7/2a

slush in the canal. No difficulties were experienced on the day of the accident. The gas supply and the total cold gas suddenly became reduced in stalls 13 and 15 at 11 o'clock. The intake gas passing through the stalls amounted to 25,000 m³, with 30,000 m³ of cold gas passing through one stall, and somewhat less through the other one. All the first precautions taken, such as opening up the valves of the make-up gas and cold gas inlets, were of no avail. The operations were immediately changed over to pasting oil; the circulation gas pressure difference was increased. Pölitz was able to operate on 100 atm. pressure difference, when it normally was kept at 60 atm. The temperature in the converters rose in the next six minutes from 27.2 to 27.8 mv. The changing over to pasting oil in the first converter has worked successfully, but it has not been sufficient to lower the temperature. About six minutes later the gas suddenly began again to pass by, the stalls were passed by, 2 - 3 minutes later a pipe between the 2nd and 3rd converters burst, ½ minute later the pipe line between the third and fourth converters in the second stall. The emergency let-down was put in operation, but the going through could not be prevented.

Investigations made have shown that the sudden stoppage of the gas by passing was caused by hydrocarbon hydrates. During the pressure release in the stalls on the next day, pieces of gas hydrates were found. After all excess pressure has been released, gas analysis proved the presence of hydrocarbon gases, which had to be explained by the existence of gas hydrates. A few days after the trouble, gas hydrates were blown out. The Pölitz circuit is operated with water injection. The water is separated from the circuit behind the oil scrubbers.

It is particularly to be regretted, that in the adjoining stall 14, where men were working, two fitters received mortal wounds. Provisions were made to give warning signals to men working in a stall next to one where there are difficulties.

In conclusion, photographs were shown of the two damaged stalls.

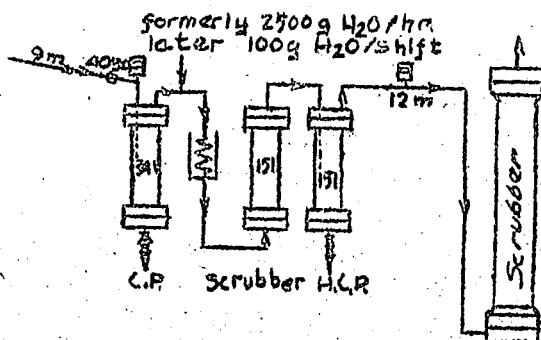
Dr. Pier: An official description of the accident has been sent to all the participants of the meeting. The first explanation one could think of was the plugging up of the gas circuit with gas hydrates. The presence of gas hydrates has actually been proven.

Dr. Pier next suggested, that representatives of the different works discuss their experience with gas hydrates. It was equally important to discuss the removal of ammonia and the formation of ammonium carbonate. It is known, that above a certain temperature,

712 L

35 - 40° C, gas hydrates are no longer stable, regardless of the water and hydrocarbon concentration. It is known from the literature and from the American oil industrial experience, that the different gas hydrates mutually affect each other. The presence of ammonia, oil or alcohol reduces the danger of formation of gas hydrates. The formation of gas hydrates is also prevented by the presence of very large amounts of water. It is however practical to use as little water as possible. As the temperature is raised, the concentration of steam is increased in the circuit, and with it also its partial pressure. Should cooling take place anywhere in the circuit, steam will condense, which will produce conditions favorable to the formation of gas hydrates.

Dr. Simon told of the difficulties experienced in the large and small scale equipment in Ludwigshafen through the formation of propane hydrate. The first trouble attributed to propane hydrate occurred in June 1938 in a 100 li. converter. The converter was operated at 700 atm. pressure with cracking residues, the amount of circulation gas was 185 m³/hr. The circulation gas contained less than 18% hydrocarbons, the average carbon number was 1.4. A pressure difference became established, and could not at first be located. It was assumed, that the trouble was to be attributed to the presence of ammonium salts, and the water flushing behind the catchpot and the heat exchanger were increased to 1.5 kg/hr of water behind the heat exchanger and 2.5 kg/hr behind the catchpot. These precautions were not however sufficient. The converter had to be cooled and turned off. Testing the equipment did not help in locating the plugged up place. On thinking the matter over it was assumed that the trouble was caused by gas hydrates. Immediately upon starting again pressure differences reappeared. The pressure difference disappeared every time the pressure was reduced from 700 to 200 atm. This pointed definitely



Outlet of Converter 709. Working up of cracking residues.

7/2 c

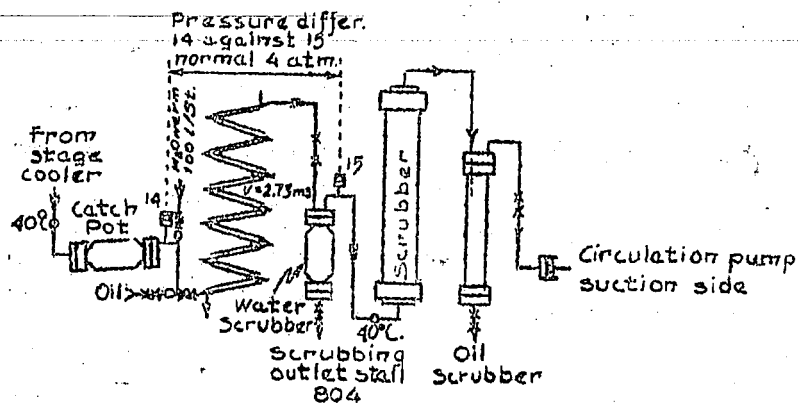
to the presence of gas hydrates. The normally connected piston differential manometer permitted only measuring the pressure differences between the catchpot and the outlet pipe line behind the water scrubber. This pipe line has therefore been heated, and the water flushing behind the catchpot was reduced from 2.5 kg/hr to 100 g/layer. The pressure differences then disappeared.

Two precautions were taken to prevent such trouble:

- 1) The whole pipe line was heated to 40°C ; and
- 2) the water injection was reduced as far as possible.

A second case of formation of gas hydrates was observed in the large scale experiment with fuel oil in the 700 atm. stall 804, in September 1941.

To avoid the formation of gas hydrates, the pipe lines from the catchpot to the intake into the oil scrubber were heated to 40° ; in addition, 100 li/hr of warm water was injected behind the catchpot to prevent the formation of ammonium carbonate.



During the operation of the stall (large scale fuel oil test) a pressure difference of 4 atm. usually existed between the outlet from the catchpot and the intake to the oil scrubber. The oil scrubber itself produced no noticeable pressure difference. This pressure difference prevailed in the whole stall outlet during the whole 10 week test, with a single exception, when the

stall difference rose from about 23 to about 29 atm. The gas intake gauges showed irregularities, and there existed the danger that the gas intake could no longer be maintained. The stall was changed over to pasting oil. Tests have shown, the pressure difference to have existed in the pipe line between the catchpot and the oil scrubber. This piece of pipe became cold because of the failure of a condensation trap. When this trouble was eliminated, the pressure difference returned to its normal value and regular operations could be resumed. 4350 m³/hr of gas was used in the circuit. The circulation gas had the following composition:

10% methane

2% ethane

1% propane

0.5% butane.

A third case of formation of propane hydrate was observed in the DHD stall while the converter was being filled with the pressure release gas. The outside temperature was very low, and the operations were carried out at 50 atm.

Dr. K. Winkler told of troubles with propane hydrate in Welheim. The circulation gas was not heated when the liquid phase was started with 650 atm. in the fall of 1937. Water was injected into the gas cooler and into the circulation gas to avoid pluggings up with ammonium carbonate. Shortly after the start, with the outside temperature not exceptionally low, propane hydrate began to form in the 70 mm pipe line of the circuit. Propane hydrate rods could be pulled out of the pipe line. Since then, the whole circuit is heated to 35 - 40° C, and no more water injected into the circuit. Care is taken to have no liquid water in the circuit, under the assumption, that gas hydrates are only formed, when liquid water is present. No more difficulties with propane hydrate have been encountered after these precautions have been taken.

Welheim now avoids the formation of ammonium carbonate by adding no carbon dioxide to the circuit, only ammonia. To do this, the CO₂-containing make-up gas is added shortly before the compression of the circuit, and all CO₂ is scrubbed out in front of the catchpot.

A second case of difficulties from gas hydrates occurred in December 1940 in the vapor phase. The operations in Welheim are

7/2.e

carried on with a relatively dense gas (0.340 - 0.450) and without oil scrubbing. The H_2 concentration is around 53 - 55%, the pressure 650 atm. The gas cooler is connected twice in parallel. We explained the trouble by assuming that the flow became stopped through one of the systems of the cooler, and that the pipe lines became cold. The propane hydrate crystals grew in the pipes. It could be eliminated by passing steam through the pipe line.

A third case was met in the end of Dec. 1940 - beginning of Jan 1941, with a newly installed coal stall; the stall was filled up for the first time with the circulation gas. Because of scarcity of gas, the stall was filled with circulation gas instead of hydrogen. There existed all conditions favoring the formation of propane hydrate. The pressure difference in the stall rose suddenly from 3 to 41 atm. In the heat exchangers, the converter pipe line, - propane hydrate crystals were found everywhere, deposited from the hydrocarbons of the gaseous mixture and the water of the insulation. It took some 14 days to thaw out the pipe lines. The rule has since then adhered to of not filling a new, still moist stall with circulation gas.

In the United States, hydrocarbons are thoroughly dewatered, even though it is costly.

Dr. Frese added on to Dr. Winkler remarks from records, in which the events were summarized.

Dr. Kuppinger reported of trouble in Leuna vapor phase caused by gas hydrates during 1936 while operating with 5058 in the prehydrogenation. The same phenomena were met with in Bari in 1938 during prehydrogenation, and in an aggravated way. Gas hydrates formed in both cases in the suction side of the circulation gas pipe line, while the load on the stall was still small, and much gaseous hydrocarbons were formed. They could be avoided by suspending the water injection into the heat exchanger.

Dr. Urban: The formation of gas hydrates has never been observed in Scholven. Conditions with 300 atm. are more favorable for the avoiding of formation of gas hydrates, than at 700 atm. There was trouble in Scholven in the gas coolers in front of the oil scrubbers connected in parallel, but that had to be attributed to ammonium carbonate. At present the rule is being enforced of having a man touch the coolers every 15 minutes to see whether they are too cold.

712 f

Level indicators and all measurement pipe lines are continuously heated in Scholven. The catchpot products are kept at 55-65° by throttling the cooler for the products, to prevent the formation of a foam phase.

The circuit is neither heated nor even insulated. However, being the first coal hydrogenating plant, Scholven has only short circuits (100 - 150 m), while today the different buildings are set as far apart from each other as possible. The stalls in Scholven are located closely together with a relatively hot circuit pump installation. The circuit is rather well protected between the buildings.

About 800 li of water/hr/stall is injected into the coal phase stall and the same amount into the vapor phase. Scholven must inject water into the circuit, because otherwise ammonium salts are not sufficiently well eliminated. The make-up gas is added in front of the suction.

Nor have any gas hydrates so far been observed in Scholven in the vapor phase. Because of insufficient cooling, the catchpot temperature is 25 - 30°. The reflux cooler designed for only two stalls, is insufficient for four.

Dr. Urban has made the further remark that plugging up has frequently occurred in the large scale installation stall 803 in Ludwigshafen in the parallel tubes of the cooler.

Dr. Jacob reported about the troubles in Gelsenberg. Gelsenberg has been started two years ago. Until no water was injected into the stalls, troubles were met in the water cooler, which could be overcome by injection of water. The formation of ammonium carbonate has been proven.

In November 1939, the only stall then in operation was receiving no cold gas. The stall was then immediately let down. After the emergency let down, the stall was again filled with gas. The circulation gas pipe line was taken apart, but neither ammonium carbonate nor propane hydrate crystals were found in it. Troubles have also occurred in washers, caused by pressure differences. Investigation has shown, that the Raschig rings were completely pressed together. Neither ammonium carbonate nor propane hydrate was found here either. It may be that propane hydrate had formed immediately in front of the washer, and then been passed through.

Nothing of this kind has occurred in the vapor phase.

For some time now, no circulation disturbances have been met, possibly because the gas coolers are operated in a way to keep the

7129

temperature of the washing installation at 30 - 35°. The products leave the catchpot at a temperature of close to 60°, and are cooled in the gas cooler to 35°. The pipe line between the catchpot and the circuit is heated. Similarly, side lines and by passes of the circuit are heated. Gelsenberg injects 500 li water per hour per stall into the circuit, 1000 li/hr are injected in front of the stall cooler. At the stall outlet and on the inlet side to the circulation gas there is 0.05% ammonia and 2.1% CO₂, i.e. the carbon dioxide is in excess.

Dr. Roser reports of a case in Zeitz in the fall of 1940. A reserve stall for TTH was repaired at below freezing temperature. When later filled with gas, (16,000 m³ of gas passing through), there was a large pressure difference. The pressure difference could be lowered in the course of a few hours, but not entirely overcome, and the stall was re-opened. The elbows at the inlet of converter 2 had a strong constriction in the cross section. The plug consisted of a snow-like mass, which, after melting, produced a large amount of gas. The gas was tested and had the following composition:

20% H₂S

23% CH₄

4.7% C₂H₆

27% C₃H₈

20% C₄H₁₀

3.7% higher hydrocarbons.

No water had been injected. The temperature of the circuit was 30°. No other difficulties have been encountered in operation.

Dr. Peukert: The gas circuit in Rheinbraun has 8 parallel bundles in the cooler. The pressure is 500 atm., 15% hydrocarbons in the circulation gas; C number 1.3. Because of foaming, the catchpot must be operated very warm, i.e. at 70°. 1000 kg water/hour are injected into the stall. The circulation gas is saturated with water behind the catchpot. The gas is cooled to 25° in the circulation gas cooler. It was found one day, that no gas was passing through some of the eight bundles of the gas cooler. Water was added in the plugged up spots, and steam introduced. This freed again all the bundles. Since then the cooler outlet temperature is kept at 30°, and no more plugging has occurred. There are but a few milligram of ammonia in the circulation gas, the carbon dioxide content is 2 - 3%.

712 L

In the vapor phase at 300 atm. no troubles have been experienced.

Dr. Hahn reports of trouble in the level indicators. These were overcome by heating the pipe line, and using make-up gas as the flushing gas.

Dr. Schmitt: During the cold part near the end of January 1941 the pressure difference in the product cooler rose suddenly in the 6434 stall, which was operated with a small load. The increased pressure difference was not, however, sufficient to necessitate the closing down of the stall. Sometime later, the stall had to be closed down because of feed shortage, which permitted to examine the stall and disclosed the existence of gas hydrates. The gas hydrates were formed with a gas pressure of 300 atm., and at a temperature of 15°. The water injection amounted to 500 li/hr into the last heat exchanger, 1000 li/hr behind the product cooler and 500 li/hr per stall into the circulation. This large amount of water injection is done to keep the ammonia content at 1 - 2 mg/m³.

In the tar liquid phase a plugging up occurred, probably near the circulation gas cooler during operations with producer tar at 700 atm. The catchpot temperature was 30-35°. The gas passage was reopened by reducing the pressure. It was decided that it had been caused by the formation of gas hydrates. The catchpot was then operated at 50 - 60°, and no more plugging has been observed.

II. Dr. Nonnemacher gives a survey of literature on gas hydrates. His report has been translated by Dr. Kandiner of Pittsburgh, from reel 9, pages 288 - 296. (T-316)

III. Schappert reports on the gas circuit at 700 atm, particularly from the viewpoint of the measuring technique. Translated - Bureau of Mines - T-73.

Dr. Drucker. Scholven measures the pressure difference of the whole stall, the pressure difference of the oil scrubbing including the circulation gas cooling, where gas hydrates may form. A by-pass around the oil scrubbing may be put rapidly in use with the help of certain valves, should any disturbances be experienced. These valves are in a small space of about 2 m², permitting their being used in but a few seconds even by hand. Heating is provided for this small area and easily done.

There are no electrical valves on the coal side in Scholven, only oil operated valves. Oil operated valves have been proven to

7/2 i

~~be more satisfactory on the coal side.~~

Dr. Küppinger showed a schematic presentation of the Leuna circuit. The total length of the circuit is about 1200 m. Pressure 250 atm. The pressure differences are measured with the ordinary manometers of the firm Eckardt. The pressure difference in Leuna amounts to only 27 - 28 atm. There is a dial manometer in each stall. These manometers indicate sufficiently accurately at 250 atm, other measurements are not provided for. In Leuna, instead of measuring the amounts in the parallel lines, as suggested by Mr. Schappert, measurement is made in the circulation gas by-pass: Mr. Schappert expressed the suspicion, that such measurements would be subjected to great fluctuations, while the proposed method of measurement in the parallel bundles would be sufficiently buffered.

Brabag: In Brabag the measurements are essentially the same as in Leuna. The pressure difference in the circulation gas is measured in the Leuna way.

Dr. Frese: In Welheim the pressure difference in the circulation gas is measured in duplicate. There are two recording air activated manometers in Leuna. However, these manometers are frequently very slow. They give rapid readings at the normal pressure difference, but with a difference of 50 atm., it takes the manometer 2 - 3 minutes to reach the final indication.

Mr. Egli tells about the slowness of recording by air operated manometers. Systematic measurements have shown that with larger pressure differences it takes 2 - 4 minutes to reach the final reading, while the in the cylindrical differential manometers lag amounts to only a few seconds. Mr. Egli suggests therefore that in the most important parts of the circulation gas differential pressure connections should be provided for an air activated and a piston differential manometer.

In service the air actuated manometer is easier to use. The operator is however in position to notice abnormal pressure indications on the piston manometer. Gelsenberg doubts whether the service man on the maintenance of the pressure difference should be permitted to raise the pressure difference of the circulation pumps in case of trouble. The opinion has been reached, that independent changes of the circulation pump pressure difference by the attendant may produce more harm than good.

IV. Should gas be passing thru, the emergency let-down is immediately used. The first converter in each stall is let down first, than the second, third and fourth.

Dr. Winkler and Dr. Frese. In Welheim the first converter is also let down first. There are no electrically operated valves in

712 j

Welheim. The valves must be operated by hand. Two valves must be opened for the emergency let down of the first converter. Converters 2, 3 and 4 are then let-down.

Dr. Urban. Whenever there is a temperature rise, Scholven uses the emergency let-down. All the converters are let down simultaneously. In most cases one may again operate with the full amount of paste in 6 hours.

Dr. Pier suggested in view of the Pölitz accident, that waste burners be provided in the stalls. He called attention to the experience that the gas becomes ignited in most cases when gas escapes or a combustible liquid is present. This resulted in a lively discussion, in which

Dr. K. Winkler mentioned, that the higher the pressure, the more readily gases ignite. In one particular case the escaping gases from a 700 atm. stall in Leuna ignited too late. The detonation of the mixture cloud had a very extended spread.

Dr. Pier: The pictures shown by Dr. Wissel show, that consideration should be given to the vertical pipe lines in a stall being strengthened, or else that the connections between converters be made as short as possible. Vertical pieces should be avoided as far as possible.

Ing. Berger sketched a suggestion in which the long hot connection lines would be avoided by placing the riser tubes inside the converters and joining them together. The length of the connecting lines would then amount to only 45 (?) of the present risers.

From constructional considerations the execution is readily possible. In such a case, particular attention should be paid to heat expansion of the hot connecting lines.

To avoid coking, the dipping tube should be led downwards along the edge of the converter, as is done in the hot catchpot.

The suggestion has also been made to deliberately weaken the piece of piping leaving the converter, in order to create a sort of a "shear pin" in case of the converter passing through.

A weakening of that kind is possible and practical, if the upper sector of the tube (half the circumference) is eroded down to limiting wall thickness for a distance of 1 meter.

From Dr. Pler's private files.

Ruhröl G.m.b.H.
Hugo Stinnes Werke

Boottrop

High Pressure Experiments
Jan. 14, 1942. Be/Le
P/Lu 558

DISCUSSIONS IN LUDWIGSHAFEN, DEC. 4, 1941.

We informed you in our letter of 12/15/41 briefly of the meeting on 12/4/41 devoted to the prevention of plugging (especially by gas hydrates). We add now in the appendix the report of the discussions.

We will attempt to find the theoretical basis for the formation of gas hydrates from hydrocarbon mixtures, and repeat our request to make available to us the necessary data for the calculation of equilibria. We will need for this purpose information on the connection diagram of the gas circuit, the operating conditions, the amounts of gas, temperature, composition of the gas at the principal places (including the make-up gas), and also the amounts of water and oil injection. These data are required for the formation of gas hydrates as well as for normal operations. To make it easier for you, we add a questionnaire.

That part of the discussion which referred to construction of the stall walls will be transmitted to you in a special report, together with the conclusions drawn from it.

We wish to take this opportunity to request all the different works to inform us, as a form of exchange of experience, of all the important disruptions and special events, as well as precautions taken to overcome the difficulties, which may be important for the other hydrogenation plants as well as for new designs, and may contribute to the avoidance of troubles and accidents there.

/s/ V. Simon....Kleber.

712 L

III

"
HYDRIERWERKE PÖLITZ A.G.

I.G. Farbenindustrie A.G.
Div. of High Pressure Experiments

Stettin - Pölitz
2/18/42.

Re: Gas Hydrates.

In reply to yours of 1/14/42 we are sending you the operating conditions in the vapor and liquid phase as requested in your questionnaire for the different cases of formation or prevention of gas hydrates.

We mention about the three cases of formation of gas hydrates at our plant, and that the means to prevent their recurrence;

1. The catchpot temperature in the liquid phase is always kept above 60° C.
2. The liquid phase circuit is heated and insulated on the pressure as well as the suction side,
3. The stage coolers in the vapor phase are provided with warm water return, so that during cold weather the cooling water can always be kept at a temperature around 10°.

2 illegible signatures.

IV. On the Formation of Gas Hydrates.

Pölitz, 2/14/42

We may mention with reference to the plugging up with propane hydrate on 11/25/40, that the gas hydrate was formed in the circulation cooler, when the catchpot temperature (W thermocouple) was not operated at the usual temperature for coal products at 70°, but was kept at 30 - 35°.

The gas hydrate formation which has caused the explosion of stalls 13 and 15 on 11/21/41 was caused by the failure of the water supply (which resulted from the formation of ice mush in the intake), and with the interruption of power and steam production caused by it. The catchpot temperature was temporarily

7/2 m

raised 100° but the long circuit III cooled nevertheless because of the strong cooling.

The gas hydrate formation on 1/28/41 took place in the product cooler. The temperature of the catch pot shown, 35°, should not mislead, because it indicates a secondary phenomenon. The W thermocouple had indicated a temporary temperature of 10° because of the strong cooling. The resulting formation of propane hydrate plugged up the cooler down to 2 bundles, which were forced to handle the cooling of the whole production. The high load on these two bundles in the cooler has resulted in the temperature of the W couple rising to 33° in spite of the completely suspended water supply.

/s/ Köcher
Ehrke

W. M. Sternberg.

7/2 n

Liquid Phase

T-313

Stall No.	1/15 1942 No (hydrate formation)				11/20 1940 Hydrate format. Stall 11	11/21/42 Hydr. format. Circul. Plugg. up stalls 13 and 15.		
	11	12	13	15				
Press. circul. pump pressure side	708	708	708	708	707	704 (I) 705 (II) 704 (III)		
Press. Circul. Pump suction side	649	649	649	649	650	650	645	645
Pressure where hydrate was formed					663	abt. 655		
l/h water to Product cooler	1,300	1,300	1,300	1,300	500	abt. 1,000		
l/h water to heat ex- changer.	500	500	500	500	500	abt. 800		
l/h water to circuit	200	200	300	300	500	abt. 500		
Catchpot with no water	12	16	16	16	10	17 cc/hr		
Temp. in catchpot	70°	70°	75°	70°	30 - 35°	70°		
Crabst. gas. all stalls	160,000				35,000 (II)	130,000 (11, 12, 13, 15) m ³ /hr		
Temp. circ. gas. press. side	Circuit I 59°		II 59°	III	56°	56°		
Temp. circul. gas. suction side	45°		44°	Tempor. 38°	37° (I, II, III)			
Temp. gas cooler	35°		35°	not in abt.	35° (I) 35° (II) 7° (III)			
Temp behind gas cooler	32°		33°	not abt.	abt. 30°			
Makes-up gas. m ³ /hr			49,000	10,000	60,000 (incl. stall abt. 25,000)			
Addition to circuit	In 1. and 2. pressure side				1. press. side	1. and 2. Press. side		
Am't scrub. Oil m ³ /h	70				Oil scrubber not yet in operation	100		
Temp. of scrub. Oil	35°					30°		
	Pressure side 1 & 2	Suction side 1 2		Press.	Suct.	Pressure 1, 2 and 3	Suct. sd. I	Suct. sd. III
CO ₂	0.1	1.0	1.4	0.0	0.0	0.1	0.2	0.3
H ₂ S	0.0	0.2	0.5	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1
O ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H.	87.9	76.0	76.7	86.4	85.6	82.3	75.0	78.1

Stall No.	1/15 1942				11/20 1940	11/21/42 Hydr. format.		
	No hydrate formation				Hydrate format.	Circul. Plugg. up stalls 13 and 15.		
	11	12	13	15	Stall 11			
Press. circul. pump pressure side	705	705	705	705	707	704 (I) 705 (II) 704 (III)		
Press. circul. Pump suction side	649	649	649	649	650	650 635 645		
Pressure where hydrate was formed					665	abt. 655		
l/h water to Product cooler	1,700	1,700	1,700	1,700	500	ca. 1,000		
l/h water to heat exchanger	500	500	500	500	500	ca. 500		
l/h water to circuit	200	200	200	200	500	ca. 500		
Catchpot with no water	12	15	15	15	10	17 t/hr		
Temp. in catchpot	70°	70°	75°	70°	30 - 35°	70°		
Cond. at gas. all stalls	160,000				35,000 (II)	170,000 (II, 12, 13, 15) m ³ /hr		
Temp. circ. gas, press side	Circuit I 59° II 59° III				56°	56°		
Temp. circul. gas, suction side	45°				Temp. 15°	37° (I, II, III)		
Temp. gas cooler	35°				not in abn.	45° (I) 35° (II) 7° (III)		
Temp. behind gas cooler	320				not abn.	abt. 70°		
Make-up gas, m ³ /hr	19,000				10,000	10,000 (incl. stall abn. 25,000)		
Addition to circuit	In 1. and 2. pressure side				1. pressure side	1. and 3. Pressure side		
Am't scrubber, m ³ /h	10				Oil scrubber	100		
Temp. of scrub. Oil	35°				not in abn.	30°		
	Pressure side 1 & 2				Pressure side	Pressure side 1, 2 and 3	Sect. no. I	Sect. no. III
CO ₂	0.1	1.0	1.4	0.0	0.0	0.1	0.2	0.3
H ₂ S	0.0	0.2	0.5	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1
O ₂	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H ₂	57.9	76.0	76.7	55.4	55.6	52.3	75.0	78.1
CO	1.1	0.5	0.5	0.0	0.0	0.9	1.7	0.9
H ₂	1.2	6.9	7.4	5.4	5.6	6.2	7.0	8.0
Hydroc.	9.7	13.9	13.1	5.2	5.8	7.7	15.3	14.6
C No.	1.42	1.35	1.44	1.19	1.31	1.37	1.37	1.32
Gas-H ₂	0.0	0.4	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
NH ₃	g/m ³	0.007	0.007	—	0.075	0.01	0.02	0.025
Composition of Make-up Gas	H ₂ 96.8				97.0	97.1		
	Hydrocarb. 0.6				0.6	0.4		
	C-H ₂ 1.00				1.00	1.0		
	F ₂ 2.6				2.4	2.5		

r) No vacuum installation available.