

3441-30/501-118

000318

Low Temperature Tar

from The Gas Generators

- 3.) Destillat A mit 10 Vol.-% Wasser, destillieren.
U, M.
- 4.) Destillat A mit 10 Vol.-% Wasser, Abscheidungen nach 24 Stunden trennen, destillieren.
U, M.
- 5.) Destillat A mit Wasserdampf (Kochtopf) überziehen.
U, M.
- 6.) Destillat A mit Natriumacetat (2:1) überziehen.
U, M.
- 7.) Destillat A mit 5, 10, 20 Vol.-% synthet. Cl_2 bei $30^\circ - 320^\circ$ (ausg. nat. für Gewinn) versetzen und destillieren.
U, M.
- 8.) Destillat A laugen mit $\text{Na}(\text{Cl})_2$, 10g und Untersuchen an 12H.
U, M.
- 5.) Barium-Nitrat $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ mit H_2O versetzen, (1)
400 ccm Cl_2 bei 130°
100 " H_2O
1 Std. im siedenden erhitzen, abfiltrieren, überdestillieren,
Destillat U, M.
- 6.) Destillat A nach Edelsäure mit CO_2 behandeln U, M.
- 7.) Destillat mit 3 x 5 eines Äthylalkohols, der mit wasserfreier CO_2 gesättigt ist, waschen. Das Cl_2 muß hierzu völlig trocken sein U, M.
- 8.) Destillat A nach Verfahren Krupp behandeln (vgl. anliegende Niederschrift über Besprechung Demann-Rochmann v. 27.4.38).

II. Druckdestillation.

(mit je ein. 2 kg. Ansatz.)

- A. Wasser + 12g unter Druck (3, 5, 8, 10 at.) destillieren.
Destillat 200 - 320° heraus schneiden.
Ausbeute g ml. diesen Teil erprobieren U M.
- B. Paraffin ölsch. 12g (1) unter Druck (3, 5, 8, 10 at.) U M.
destillieren, destillat 200 - 320°
heraus schneiden, Ausbeute g.
- C. Paraffin ölsch. 12g + Wasser 12g in Mischung 1 : 1
unter einem mit Kunststoff erkannten Druck zusammen destil-
lieren, Fraktion 200 - 320° heraus schneiden g + ml,
einen Teil der Mischung entphenolen U M.
- D. Purmittelöl 12g + Wasser 12g unter Druck wie C.
40,5 Gew. 50,5 Gew.
destillieren, Fraktion 200 - 320° heraus schneiden g ml.
einen Teil entphenolen U M.

Diese Versuche sind in der 2-ltr.-Flase durchzuführen,
avor durch Destillieren von CS_2 geschwefelt worden ist.
Weiter sind 2 Versuche mit Purmittel 12g zu machen in der noch
nicht geschwefelten Flase. Vor der Schwefelung ist die ganze
Apparatur mit Benzol zu spülen und trocken zu blasen.

III. Selektive Lösungsmittel.

Zer und Zer Gemische versuchen

z.B. Anilin + Aceton + H_2O
Alkohol + Aceton + H_2O

weiter Purfurol
Woll-Öle.

gez. Lochmann

Rose

Versuchs - Programm.

300024

Untersuchungsmethoden:

U - d_{15} mit Gourscher Waage
Siedeanalyse nach U hier
- resulte mit U - Buch
Verkokiertheit nach H-H mit
Trennung nach Asphalt u. Koks
Gehaltszahl in U - Motor
Flokkungs- u. Lockpunkt
Kartasphalt nach DIN 97X

Bei allen Arbeiten und
Untersuchungen Datum
vermerken. Von allen
Proben sind Proben mit
genauer Beschriftung,
Anal.-Nr. und Datum
aufzubehalten (250 ccm).

E - Fischbarkeit in den Verhältnissen

- a) 1 : 1 in Volumen
- b) 400 ccm H_2 : 10 g U

1. Drucklose Behandlung.

A. Burgi-Mittelöl S. 130 allein destillieren und Fraktion

200 - 320° (= Festillat A) abnehmen. U E.

1.) Festillat A im Verhältnis 1 : 1 (Vol.) mit H_2O_2
mischen, filtrieren, mit 10 Liter NaOH-Lösung und
dann mit 45 Liter NaOH behandeln. Nachher mit stark
verd. H_2SO_4 u. H_2O . Ausbeute an Mischöl-Raffinat
bestimmen. Im Raffinat U E.

2.) Festillat A raffinieren (je 1 Liter)

- a) 10 Liter H_2SO_4 - mehrere Male
- b) 50 " " " " " "
- c) 80 " " " " " "
- d) 10 " HNO_3 " " " "
- e) 25 " " " " " "
- f) 3 " Bleicherde

Die 6 Raffinate: Ausbeute, U E.

- 3.) Destillat A mit ND_2 1:1 (Vol.) mischen, destillieren bis 120°
U M.
- 4.) Destillat A mit 10 Vol.-% ND_2 versetzen, Abscheidungen nach 24 Stunden bestimmen, destillieren,
U M.
- 5.) Destillat A mit Wasserdampf (Überhitze) übertreiben, 200°
U M.
- 6.) Destillat A mit überhitztem Gasöl (150°) übertreiben,
U M.
- 7.) Destillat A mit 5, 10, 20 Vol.-% synthet. Öl $300 - 320^\circ$ (Ausg. Kat. für Octan) versetzen und destillieren.
U M.
- 8.) Destillat A laugen mit $\text{Ca}(\text{OH})_2$, MgO und Unterschuf an CaOH .
U M.
- 5.) Lurgi-Mittel 81 I. 130 mit ND_2 versetzen, (1)
400 ccm Öl I. 130
100 " ND_2
1 Std. im Sieden erhitzen, abfiltrieren, überdestillieren,
Destillat U M.
- 6.) Destillat A nach Edleauie mit CO_2 behandeln U, M.
- 7.) Destillat mit 3 x 5 = eines Äthylalkohols, der mit wasserfreier CO_2 gesättigt ist, waschen. Das Öl muß hierzu völlig trocken sein U, M.
- 8.) Destillat A nach Verfahren Erupp behandeln (vergl. anliegende Niederschrift über Besprechung Demann-Lochmann v. 27.4.38).

II. Druckdestillation.

(mit je ca. 2 kg Einsatz)

- A. AGR-Teer L 129 unter Druck (3, 5, 8, 10 atU) destillieren.
Destillate 200 - 320° herausschneiden.
Ausbeute U M. einen Teil entphenolen U M.
- B. Paraffin Catech KR (U) unter Druck (3,5,8,10 atU) U M.
destillieren, Destillate 200 - 320°
herausschneiden, Ausbeute U.
- C. Paraffingatsch KR + AGR-Teer L 129 in Mischung 1 : 1
unter einem als günstig erkannten Druck zusammen destillieren, Fraktion 200 - 320° herausschneiden U + M,
einen Teil der Mischung entphenolen U M.
- D. Lurgi-Mittelöl L 139 + AGR-Teer L 129 unter Druck wie C
40,5 Gew. % 59,5-Gew. %
destillieren, Fraktion 200 - 320° herausschneiden U M.
einen Teil entphenolen U M.

Diese Versuche sind in der 2 ltr-Flase durchzuführen, die zuvor durch Destillieren von CS_2 geschwefelt worden ist. Vorher sind 2 Versuche mit Lurgi L 129 zu machen in der noch nicht geschwefelten Flase. Vor der Schwefelung ist die ganze Apparatur mit Benzin zu spülen und trocken zu blasen.

III. Selektive Lösungsmittel.

2er und 3er Gemische versuchen

z.B. Anilin + Aceton + H_2O

Alkohol + Aceton + H_2O

weiter Furfurol

Kell-Öle.

gez. Lochmann

36325

Diederschrift über die Besprechung zwischen Herrn Dr. Herbert
und Dr. Rüping von Lurgi und Dr. Lochmann vom 19. Juli 1938.

1. Eine Versuchs-Vacuum-Destillation des Borkener Teeres ist bis heute von der Lurgi noch nicht durchgeführt worden; eine Versuchsdestillation bei Normaldruck hat bei der Lurgi ungefähr dieselben Ausbeutezahlen ergeben wie bei uns. Es wurde mit Herrn Dr. Trumm vereinbart, dass Herr Untermann (Lurgi) im Hauptlaboratorium in einer dort befindlichen Spezial-Apparatur eine Vacuumdestillation von ca. 2 l der unfallmässigen Mischung von Lurgi-Teer Mittelöl baldmöglichst durchführt. Das Destillat wird anschliessend raffiniert werden.

2. Die Herren von der Lurgi haben folgenden Verarbeitungsweg zur Untersuchung vorgeschlagen:

- a) Teerölmischung mit 60 - 200 Vol.%, CCl_4 versetzen und langsam innerhalb 12 Stunden auf minus 15° abkühlen.
- b) Paraffin abfiltrieren und nachwaschen.
- c) CCl_4 abdestillieren.
- d) Filtrat mit Hydrierbenzin versetzen, wobei die Asphalte ausfallen. Nach einiger Zeit von den abgesetzten Asphaltstoffen dekantieren, gegebenenfalls den Rest filtrieren.
- e) Methanol zusetzen und in normaler Weise raffinieren.

Dieser Versuch ist bereits in Arbeit.

3. Die Lurgi ist bereit, einen grösseren Versuchsversuch in Frankfurt für uns durchzuführen.

Zur Destillation steht eine Blase in Frankfurt zur Verfügung. Die benötigte Teermenge will die Lurgi sofort aus Hirschfelde nach Frankfurt schicken lassen. Da dort z.Zt. keine Pflauser zur Verfügung stehen, habe ich heute für den Teer 3 Trommeln und für das Öl 3 Pflauser zu je 200 l als Milgut nach Hirschfelde abgeschickt. Der Versuch zur Destillation von ca. 1000 kg Öl und Teer soll möglichst Mitte nächster Woche in Frankfurt stattfinden.

Für die Entparaffinierung will die Lurgi sich ihrerseits sofort mit der Bergedorfer Maschinenfabrik in Verbindung setzen, ob diese Ende August einen Entparaffinierungsversuch zwecks Ausarbeitung eines Angebotes durchführen will.

Die Raffination des entparaffinierten Teeres kann

Durchschrift

00002

anschliessend in Frankfurt mit der dort befindlichen Spezialtur-
bine durchgeführt werden. Die erforderliche Menge an Hydrierben-
zin (zwischen 50 - 95° siedend) können wir mit unserer Hydrier-
apparatur in Kürze fertigstellen, die nötige Methanolmenge bittet
die Lurgi uns von hier aus zu beschaffen, da wir sie wohl zum
Treibstoffpreis beziehen können, während die Lurgi den höheren
Preis bezahlen müsste.

4. Ein weiterer Versuch mit Böhlemer Beer ist vorgesehen. Kleine
Proben des Böhlemer und Birkenfelder Beers werden direkt an
uns gehen zur Vornahme von laboratoriumsmässigen Versuchen.

R.

306327

Herrn Professor M a x i m .

Atm. Gewinnung von Dieselöl und Mehl aus Lurgi-Ölen.

I. Auswertungsprotokoll.

Als Ausgangsmaterial für vorliegende Versuchsreihe diente Lurgi-Schmelzprodukt aus Versuchen mit Borkenauer Kohle:

ED-Teer L.W. 129	59,5 Gew.-%	} von der Lurgi angegebenes Anfall-Verhältnis.
Mittelöl L.W. 130	40,5 "	

Diese Mischung wurde unter Atmosphärendruck aus Eisenbläsen bis auf Koks destilliert und lieferte

Benzin-Fraktion bis 200° C	: 8 Gew.-%
Fraktion 200° C - Ende	: 87 "
Koks + Gas + Verlust	: 5 "

Die Fraktion über 200° (in diesem Bericht „ D 200 " bezeichnet) enthält 24 % Paraffin mit E.P. 40 - 42° und hatte folgende Daten:

d_{20}	= 0,892	Koks (H.M.)	= 2,42 %
Stockpunkt	= + 15° C	SKZ	294
		Bartasphalt	= 0,04 %

Für die Versuchsreihe SL 13 - SL 24 wurde eine grössere Menge mit Aceton bei -15° C mit einer Ausbeute von 24% Paraffin entparaffiniert; das paraffinfreie Öl ist im Folgenden mit „ ED 200 " bezeichnet.

Zum Vergleich wurde ein Teil der originalen Mischung in einer Glas-Apparatur unter einem Vakuum von 12 - 15 mm destilliert und lieferte

Benzin Fraktion bis 200°	2,9 Gew. %
Fraktion bis 200° bis Ende	91,1 "
Pech	3,0 "
Gas u. Verlust	3,0 "
	<u>100,0 Gew. %</u>

Die Destillatausbeute ist also bei der Vakuumdestillation die gleiche wie bei der atmosphärischen. Die Vakuumdestillation erfolgte aber ohne wesentliche Krackung, da nur 2,9 %

Durchschrift

Benzinanteile entfielen gegenüber $\frac{3}{4}$ bei der atmosphärischen Destillation; Das Destillat über 200° enthält 33,4 Gew.-% Paraffin mit K.P. = 47° , während bei der atmosphärischen Destillation die gleiche Fraktion nur 24% Paraffin mit K.P. $40 - 42^{\circ}$ enthält.

Das bei der Vakuumdestillation erhaltene Destillat über 200° ist im Folgenden mit „VD 200“ bezeichnet, das entparaffinierte mit „EVD 200“.

II. Raffination nach bekannten Verfahren.

Eine grössere Versuchsreihe mit bekannten Raffinationsmitteln (H_2SO_4 , NaOH, Fossil usw.) und nach bekannten Verfahren ergab entweder unbefriedigende Ausbeuten oder ungenügend raffinierte Öle oder erschien wegen grossen Verbrauchs an Raffinationsmitteln nicht wirtschaftlich.

III. Raffination mit selektiven Lösungsmitteln.

Die Ergebnisse der in den obliegenden Zahlentafeln I u. II zusammengestellten Versuche SL 1 - SL 24 lassen sich folgendermassen zusammenfassen; es muss noch betont werden, dass die Ergebnisse sich nur auf diesen Lurgi-Schwelteez beziehen, wobei unter „Teer“ stets die unfeinmässige Mischung von EGR-Teer + Mittelöl verstanden sein soll:

- 1.) Der Kohteer liess sich wegen des grossen Gehaltes an Verunreinigungen und an Paraffin nicht raffinieren. Es wurde deshalb stets das Destillat über 200° für die Versuche verwendet.
- 2.) Der Arbeitsegeg:
 - a) Raffination des Destillats,
 - b) Entparaffinierung des Raffinatesergab stets - auch bei zweimaliger Raffination des Extraktes - hohe Stockpunkte der Extrakte. Es erscheint deshalb vorteilhaft, zuerst das Destillat zu entparaffinieren und dann das entparaffinierte Destillat zu raffinieren. Die auf dieser Weise erhaltenen Extrakte weisen durchweg tiefe Stockpunkte von -15 bis -20° auf.
- 3.) Von den versuchten Raffinationsmitteln

Furfurol,

Anilin,

Durchschrift

**Äthylalkohol,
Methanol,
Phenol (Karbolsäure)**

erschienen Methanol am geeignetsten. Parfureol liefert zwar Extrakte von tiefem Siedepunkt, aber diese sind sehr hoch viskos und deshalb als Heißöl nicht ohne weiteres zu verwenden. Außerdem bietet der hohe Siedepunkt des Parfureols (Kp. = 161°) bei der destillativen Abtrennung von einem Öl mit einem Siedebeginn von 200° beträchtliche Schwierigkeiten. Trotz der günstigen Eigenschaften der erhaltenen Raffinate (SL 5 - 6) wurde deshalb auf die weitere Untersuchung von Parfureol als Raffinationsmittel verzichtet. Dies gilt in gleichem Masse für Karbolsäure (Kp. = 185°) und Anilin (Kp. = 183°). Ein versuchsweise verwendetes Steinkohlensöl mit 50% Kreosoten hatte keine selektiv lösenden Eigenschaften. Da Äthylalkohol ebenfalls keine Vorteile gegenüber Methanol zu bieten schien, wurden die Versuche von SL 13 ab sämtlich mit Methanol durchgeführt.

- 4.) Als Lösungsmittel hat sich hydriertes AK-Benzin (45 bis 95° siedend) gut bewährt. Ein Versuch, ein olefinarmes AK-Benzin gleicher Siedelage (mit 23% Olefinen) zu verwenden, (SL 18) gab schlechte Ausbeuten und unbefriedigende Produkte.
- 5.) Als brauchbarer Arbeitsgang hat sich erwiesen:
 - a) Entparaffinierung des Destillates über 200° mit Aceton bei -15° C.
 - b) Raffination des entparaffinierten Destillates mit Methanol (M) und hydriertem AK-Benzin (HB) und Trennung in Raffinat (+M+HB) und Extrakt I (+M+HB)
 - c) Abtreiben des Vorlaufes bis 200° vom Extrakt I.
 - d) 2. Raffination des Raffinates aus b) unter Zusatz des bei c) erhaltenen Vorlaufes und Trennung in Extrakt II (+M+HB) und Raffinat (+M+HB)
 - e) Abteilen der Vorläufe von Extrakt II und Raffinat.
 - f) Reinsigen der Extrakte I und II.
 - g) Nachbehandlung des Raffinates mit FR-Masse (nach Patentanmeldung R 334) und Tonsil, gegebenenfalls unter gleichzeitiger Abtrennung der über 360° siedenden Anteile; letztere kommen zu den Extrakten.

6.) Durch vorliegende Versuche ist nachgewiesen, dass es grundsätzlich möglich ist, auf technisch verhältnismässig einfachen Wege und unter geringen Verlusten aus dem Teer ein Dieseltreibstoff-Raffinat zu erhalten, welches eine Cetanzahl von ca 40 bis 45 (entsprechend Cetanzahl von 46 bis 52) und sonstige günstige analytische Daten aufweist, und einen Heizöl-Extrakt mit tiefem Sumpfpunkt. Die Ausbeuten betragen ungefähr:

Raffinat	38 Gew.%
Extrakt	38 "
Paraffin	24 " .

Wird das Paraffin auf Dieselöl gekrackt, so werden sich die Ausbeuten ungefähr stellen auf

Raffinat	50 Gew.%
Extrakt	42 "
Benzin	8 " (einschl. Gas).

7.) Diese Ausbeuten sowie die Beschaffenheit der Produkte müssen durch in Vorbereitung befindliche grössere Versuche mit 1000 kg-Chargen bei der Lurgi in Frankfurt für diesen und für andere Teere ihre Bestätigung finden. Es ist zu erwarten, dass die Anwendung einer von der Lurgi entwickelten Turbine für die Raffination die Ergebnisse in günstigen Sinne beeinflussen kann da hierdurch die im Laboratorium durchgeführte diskontinuierliche Arbeitsweise in Scheidetrichtern in ungefähr 7 aufeinanderfolgenden Stufen zerlegt wird.

IV. Entparaffinierung. (s. Tafel III).

Als Entparaffinierungsmittel hat sich Aceton bis jetzt am besten bewährt. Tetrachlorkohlenstoff hat ein ungenügendes Fällungsvermögen bewiesen. Methanol hat zwar die gleiche fällende Wirkung wie Aceton. Die Auswaschung der von Paraffin eingeschlossenen Ölanteile ist jedoch viel schwieriger als bei Aceton. Dieser Umstand kann jedoch in Anbetracht der verhältnismässig geringen mitgefällten Ölanteile in Kauf genommen werden, wenn das Paraffin auf Dieselöl aufgekackt werden soll. Die Versuche mit Methanol als Entparaffinierungsmittel sollen noch fortgesetzt werden.

V. Nachbehandlung. (s. Tafel IV).

Wenn obige Nachbehandlung unter c) nicht durchgeführt wird, befriedigen der Geruch und die dunkle Farbe der Raffinate nicht

gang. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, die Raffinate über ~~Wasserdampfdestillation~~ gem. Patentanmeldung N 334 zu destillieren und sofort anschließend mit 3% Tensil zu behandeln. Unter Umständen kann man hierbei die Fraktion über 360° als Rückstand durchföhren und dem Weisöl zuzulagen. Durch diese Arbeitsweise werden die Raffinate auch verbessert.

- a) Die Farbe wird heller.
- b) Der Geruch wird erheblich milder.
- c) Die Vorkokkenwerte nach HVA werden noch herabgedrückt.
- d) In allen bisher untersuchten Fällen wurde vollkommene Löslichkeit mit HCH-Dieseltreibstoff (1 : 1) und Beständigkeit dieser Mischung bei einwirkendem Erhitzen auf 180° (Vorschlag der G.f.T. in Duisburg-Heiderich) erreicht.

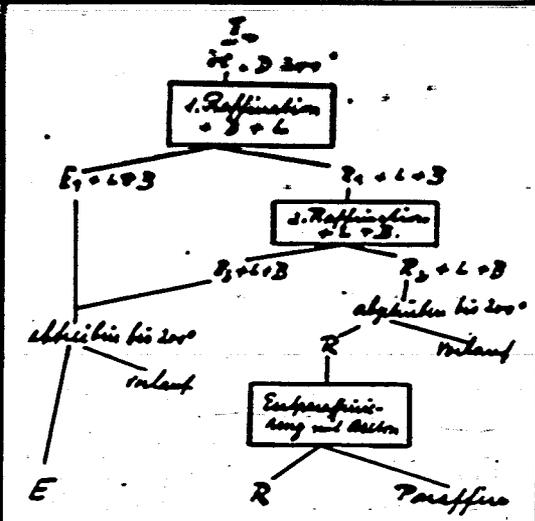
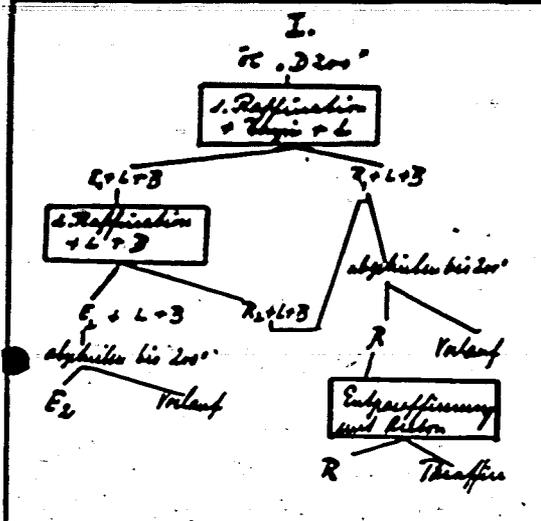
Andere Nachbehandlungsarten hatten kein günstigeres Ergebnis.

Ddr.: Hg.

Recht

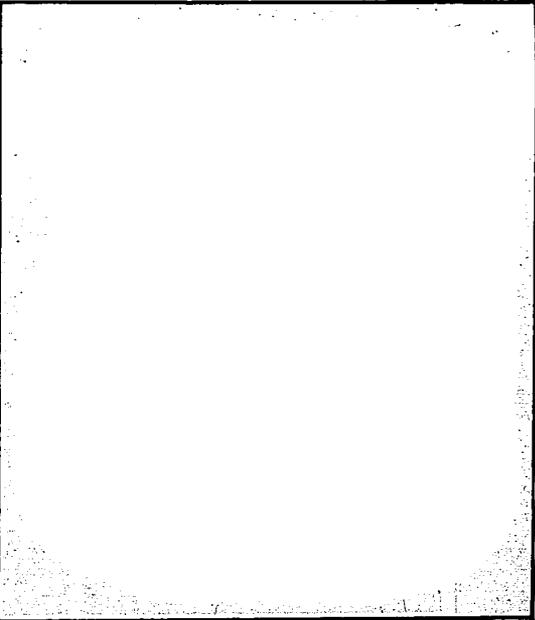
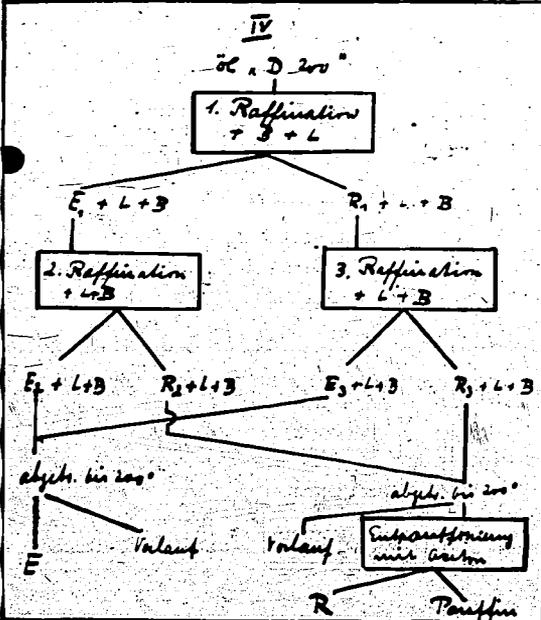
Flussdiagramm für den Raffinationsprozess mit selektiven Lösungsmitteln
 an Kupf - Fluor aus Hartmann Kalk.

L = Lösungsmittel
 B = Borax



III. wie Schema I und II, aber nur 1 Raffination

000332



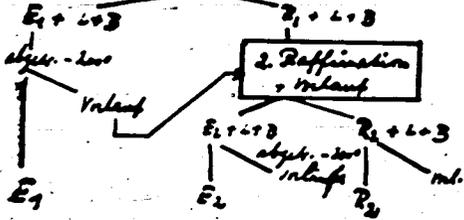
FD 200

Gepl. all. Abkühlung
+ NB

Refraktion

1. Raffination
+ NB + M

Spekte

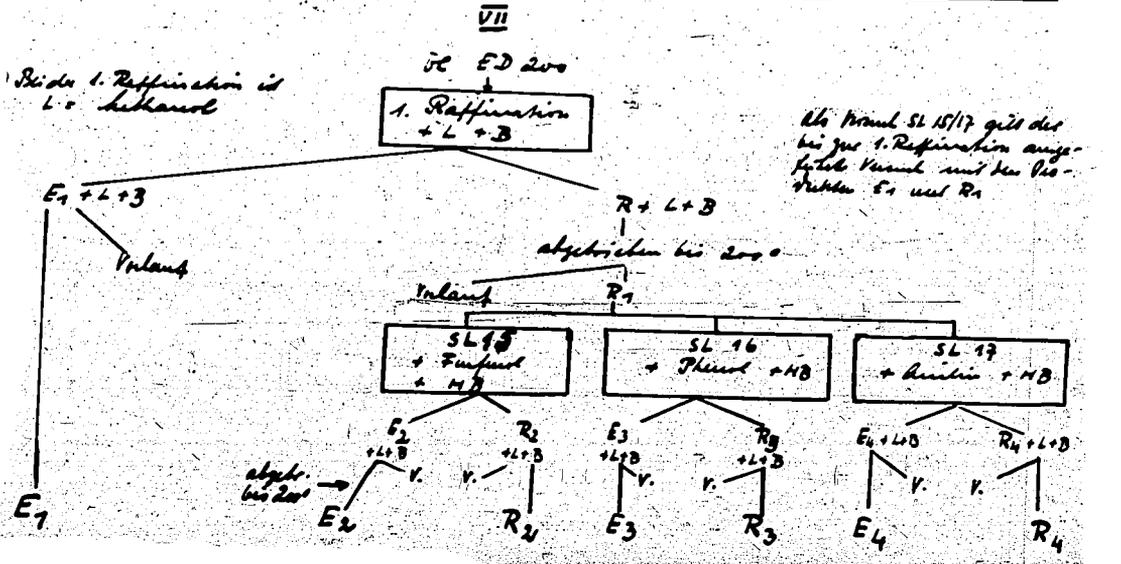
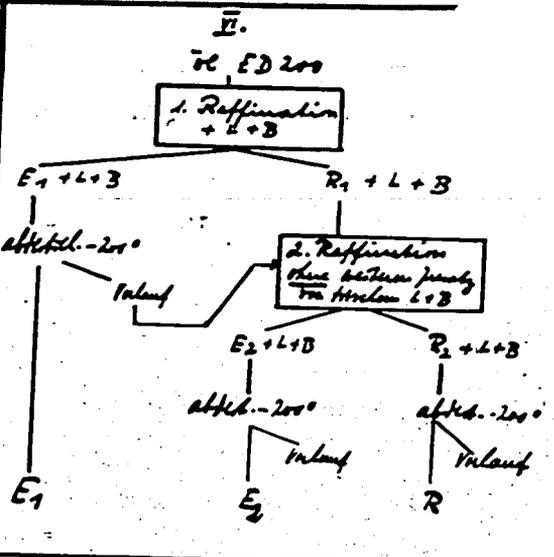
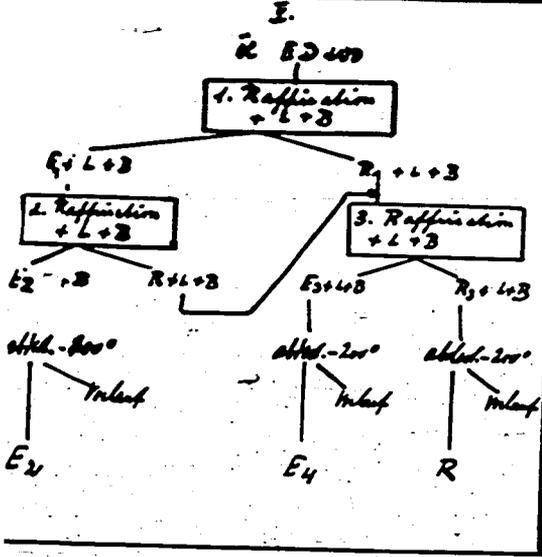


900334

Schemata für den Raffinationsprozess mit plastischen Lösungsmitteln anल्प. Plus aus Proteins Kette.

000335

L = Lösungsmittel HB = H-Phenyl ARB = AR-Zugpin
 H = Methylalkohol



Entparaffinierung von Lurgi-Öl.

900337

Ausgangsmaterial: D 200 = Feßfild über 200° aus einer Mischung aus:

57.5 Gew. % ESR-Tier (Butter) L.W. 129
42.5 " " " " " " L.W. 130

Entparaffinierungs- Mittel	Aceton	Methanol		Tetrachlorkohlenstoff	
Ausgewählte Menge des Entparaffinierungsmittels in Vol.-% z. B. zum Waschen tabakalt	ca. 300 " 300	ca. 300 " 500		ca. 150 " 750	ca. 300 " 450
Temperatur °C	-15°	1. Stufe 00 2. " -15°		-15°	-15°
Luftdruck:	Mittel aus 10 Versuchen				
E D 200 Paraffin Gew. %	76 24	60.6 39.4		92.3 7.7	92.5 7.5
Stockpunkte: E D 200 Paraffin °C	-19 +42	-22.5 +15		- +60	- +60
2. Fällung: nach vollkommener Lösung im Fällungsmittel in die Lösung langsam auf -15°C abgekühlt.		Methanol	Aceton		
Ausgew. Menge Fällungsmittel in Vol.-% z. B. zum Waschen reib.		ca. 300 " 500	ca. 300 " 300		
Auswahl bz. auf D 200 E D 200 Paraffin Gew. %		70 30	75.5 24.5		
Stockpunkte: E D 200 Paraffin °C		+34	+60		

Das Öl lagte nach dem Abkühlen des Ölls eine dicke Schicht ab, die nicht weiter in Lösung ging. Gewisse Stockpunktbestimmungen dabei nicht möglich.

Entparaffinierung gelingt am besten mit Aceton. Die Versuche, Methanol zu verwenden, wurden fortgesetzt.

Lilium.

Verbesserung von Geruch und Farbe von dem mit
selektiven Lösungsmitteln gewonnenen Raffinat

No	Behandlung	Farbe	Geruch	Löslichkeit 1:1 mit 20% H ₂ O + = klar - = trüb	Löslichkeit nach 1 Stunde Setzen auf 100° + = klar - = trüb
I.					
1.	<u>Originales Raffinat SL 14</u> a) b) mit verd. H ₂ SO ₄ gewaschen	dunkel "	kurzzeitig, dann nach P ₂ dann besser als a)	- +	- -
2.	<u>Destillation über FR-Masse bei 350°</u> Schicht: 20 g in 15 cm Rohr: 16 mm Ø Trägergas: 50 Cl ₂ H ₂ O, 1/16 Ölumsatz: 30 g ₂ /h a) ohne weitere Nachbehandlung b) mit verd. H ₂ SO ₄ gewaschen	schwach " als 1.	nach P ₂ gut	+ +	+ +
3.	<u>Destillation über FR-Masse bei 400°</u> <u>mit unmittelbar anschließender</u> <u>Behandlung mit Tonit.</u> FR-Masse: 60 g in 45 cm Rohr: 16 mm Ø Trägergas: 50 Cl ₂ H ₂ O, 1/16 Ölumsatz: 60 g ₂ /h Tonit Behandlung: 3 Gew % des Öls bei 150°C a) FR-Masse und Tonit b) Probe a) mit H ₂ SO ₄ gewaschen c) nur FR-Masse d) Probe c) mit H ₂ SO ₄ gewaschen	schwach " als 1. " " "	nach P ₂ gut nach P ₂ gut, aber nicht wie b)	+ + + +	+ + + +

Heim

Nr.	Behandlung	Farbe	Geruch	Sied- punkt (mit S.)	Sied 219 (mit S.)
4.	<u>Destillation des bis 360° geschrittenen</u> <u>Raffinates über FR-Masse bei 400° und</u> <u>unmittelbar anschließende Behandlung</u> <u>mit Tonsil.</u> Bedingungen für FR-Masse wie bei 3. Tonsil-Behandlung: 2 % des Öls bei 150°C a) originales Raffinat (Mischung der Raffi- nate aus mehreren Versuchen) Kfz (H.H.) = 1.22 % $d_{20} = 0.892$ S. K. Z. = 295 $\text{Siedepunkt} = -155^\circ\text{C}$	dunkel	kieselig	+	-
	b) destilliert bis 360°: Rückstand: 11.9 Gew. % dunkel, viscos Sied. - 260°: 87.5 " " S. K. Z. = 285, Farbe	etwas heller als a)	"	n. b.	m. b.
	c) dieses Destillat über FR-Masse destilliert, mit Tonsil behandelt und mit verd. H_2SO_4 nachgewaschen: $d_{20} = 0.883$ $\text{Kfz (H.H.)} = 0.53\%$ $\text{Siedepunkt} = -19^\circ\text{C}$	heller als a)	gut	+	+
5.	<u>Behandlung mit 10% Tonsil bei 150°</u> a)	unver- ändert	unver- ändert	-	-
	b) nachgelagert mit verd. NaOH	"	"	-	-
6.	<u>Behandlung mit 10% { 85% Tonsil } bei 150°</u> a)	"	"	+	+
	b) nachgelagert und mit verd. NaOH	"	"	+	+
7.	<u>Waschen mit conc. H_2SO_4</u>	"	"	+	+
	nachgelagert mit verd. NaOH	"	"	+	+
8.	<u>Destillation, anschließend sofort Destillieren</u> a)	"	gut	+	+
	b) nachgelagert mit verd. NaOH	"	gut	+	+

Wilm.

Rechtswissenschaftliche Zeitschrift
Lehrbuch der Rechtswissenschaft

000040

Oberhausen-Holten, den 7. September 1938.
RB Abt. BWA Lehr/Op.

Herrn Professor Martia.

In der Anlage überreichen wir Bericht Nr. 508, betr.
Innenabzugs-Schweißl von Zeche Prosper.

Ddr. Hg,
W.

Rae

65046

Be richt
über die Vakuumdestillation von Hirschfelder Druckvergasungs-
gassteier in der Frankfurter Versuchsanlage der Lurgi
am 30.-31.8.1938.

Im Rahmen der Versuche, aus Braunkohlenteerölen durch Entparaffinierung und Behandlung mit selektiven Lösungsmitteln Raffinate zu gewinnen, welche in Mischung mit BOH-Ölen als Dieselmotortreibstoff verwendet werden können, wurde eine Hochvakuumdestillation von Hirschfelder Druckvergasungssteier in der Frankfurter Versuchsanlage der Lurgi durchgeführt. Das hier gewonnene Destillat soll durch eine Firma, die als Lieferfirma für Entparaffinierungsanlagen in Frage kommt, versuchsweise entparaffiniert werden; das paraffinfreie Öl soll anschliessend durch einen Grossversuch der Lurgi in Frankfurt durch Behandlung mit selektiven Lösungsmitteln raffiniert und in Raffinat (Dieselöl) und Extrakt (Heizöl) zerlegt werden. Das Raffinat soll in Mischung mit RCH-Öl auf Eignung als Dieselmotortreibstoff geprüft werden.

I. Apparatur.

Die Vakuumblase ist eine eingemauerte, stehende Blase mit ca. 800 Ltr. Nutzraum. Der Destillatabgang befindet sich waagrecht am Deckel, ein Dom ist nicht vorhanden. Im Deckel befinden sich zwei Schaugläser, damit man den Destillationsvorgang in der Blase beobachten kann. In der Blase ist eine Umwälzvorrichtung eingebaut; durch eine eingebaute Düse werden 5 kg Dampf je Stunde in die Blase eingespritzt. Das Hochvakuum von 3 mm wird nach einem patentierten, von Professor Gänsicke stammenden, Verfahren von drei hintereinander geschalteten Dampfstrahl-Apparaten mit zwischengeschalteten Einspritzkondensatoren erzeugt. Die Unterdrücke in den drei Stufen betragen ca. 180, 30, und 3 mm Q.S. abs. Die Heizung der Blase erfolgt mit Gas. Die Kondensation der Dämpfe wird durch drei hintereinander geschaltete Kühler bewirkt, von denen der letzte mit Wasser berieselt werden

Vor dem Versuch wurden die Blase und die Kühler durch Auswärmen und durch Destillieren von Benzol gesäubert, um Ölreste zu entfernen, die vielleicht von früheren Versuchen vorhanden sein konnten.

II. Versuchsmaterial.

Es wurde ein Druckvergessungsteer von Hirschfelde verwendet, den die Aktien-Gesellschaft Sächsische Werke durch Vermittlung der Lurgi zur Verfügung gestellt hatte. Der Teer war bereits bis 200° C abgetopft. Für den Teer wurden im Laboratorium folgende Daten festgestellt:

Bezeichnung des Teeres: L.W. 155	durch Lurgi		BVA
	Normaldruck	Normaldruck	Normaldruck
	Glas	Glas	Eisen
Dichte bei 20°			
Siedebeginn ° C	95	96	
- 200 °C Vol. %	4	5	
- 250 "	33	31	
- 300 "	48	48	
- 320 "	55	54	
- 360 "	67	77	
- Siedende "	87	83	
Wasser "	ca. 1	ca. 1	ca. 2
Rückstand	Koks	Pech	Koks
Ausbeute: Destillat Gew. %	85,5		82,6
Rückstand "	14,0	ca. 14	12,0
Verlust "	0,5		5,4

III. Versuchsdurchführung und Ausbeute.

Die Versuchsdurchführung wurde überwacht durch die Herren Dr. Herbert und Ing. Gambichler von der Lurgi. Es nahm teil Herr Dr. Loehmann von der Ruhrbenzin.

Eingesetzt wurden 586,8 kg Teer, die nach Vorwärmung auf ungefähr 60° in die ebenfalls angewärmte und unter Vakuum stehende Blase eingezogen wurden.

Zuerst wurde bei einem Vakuum von 170 mm Q.-S. gearbeitet

50034

Nach Erreichung einer Temperatur von 170° wurde das Vakuum auf ca. 4 mm eingestellt. Bei einer Endtemperatur von 460° (im Brücken-Abgasrohr gemessen) wurde die Destillation abgebrochen. Die Gesamtdauer der Destillation betrug ca. 17 1/2 Stunden.

Die Ausbeutesahlen betragen:

Einsatz:	586,8 kg
Ausbeute:	
1. Destillate: a) Öle mit Siedepunkt < - 15°, erhalten bei 170 mm Vakuum bis zu einer Endtemperatur von 170°	164,85 kg = 28,1 Gew.%
b) hochsiedende Öle u. P. raffingstsch, erhalten bei 3 - 6 mm Vakuum bis zu einer Endtemperatur von 460°	386,6 " = 65,9 Gew.%
Destillate	551,45 kg = 94,0 Gew.%
2. Blasenkok	16,0 " = 2,7 "
3. Gas und Verlust	19,35 " = 3,3 "
	<hr/> 586,8 kg = 100,0 Gew.%

Trotz der für vorliegenden Zweck nicht günstigen Bauart der Blase konnte die Destillation störungsfrei zu Ende geführt und durch sorgsame Überwachung des Destillationsvorganges in der Blase ein Überschäumen verhindert werden. Die Innehaltung des konstanten Vakuums beweist, dass bei der Destillation die Gasbildung gering war; zum Schluss allerdings bei eintretender Krackung und Koksbildung trat Gasbildung auf, die das Vakuum herabdrückte und das Ende der Destillation anzeigte.

Nach einer nachträglich durch Herrn Dr. Herbert zugegangenen Mitteilung war der Koksrückstand in der Blase, der nur 15 kg betrug, grossblasig und ausserordentlich leicht zu entfernen. Die Blase hatte in keiner Weise gelitten, abgesehen von einem leichten Verziehen des unteren Mannlochdeckels, was wohl durch die etwas robuste (wegen der ungünstigen Blasenkonstruktion aber erforderlichen) Zusatzheizung an dieser Stelle bewirkt sein konnte.

IV. Versuchsergebnis.

Der Versuch hat ergeben, dass durch die Hochvakuumdestillation der Mirschfelder Druckvergassungsteer schonend und mit guter Ausbeute destilliert werden kann.

Über Entparaffinierung und Raffination der hier erhaltenen Destillate wird nach Durchführung der Versuche berichtet werden.

Be

Reaktion des Abkommens
(Anhang Nr. 10)

Obermaas-Teiten, den 20. September 1938.
SB Abt. DVA Lohm/Sp.

000040

**Niederschrift über die Besprechung in Hamburg
am 16.9.1938.**

Betr. Dieseltriebstoff - Entparaffinierung.

Anwesend: Ing. Brecoeur, Bergedorfer Eisenwerke,
Dipl. Ing. Backlund, A.B. Separator - Nobel, Stockholm.
Dr. Herbart, Lurgi,
Dr. Lohman, Ruhrbozin.

Die Bergedorfer Eisenwerke bauen die nach Deutschland zu liefernden Anlagen für die A.B. Separator - Nobel, Stockholm. Das Entparaffinierungs-Verfahren der Separator - Nobel verwendet ausschliesslich Zentrifugen; in erster Linie kommen als Entparaffinierungsmittel schwere Lösungsmittel in Frage. Hierfür ist eine besondere Laval - Zentrifuge entwickelt, bei der das feste Paraffin schmelz ausgeht, während die flüssige Phase aus Lösungsmittel und Öl radial austritt. Die Zentrifugen machen ca. 6 bis 12000 Touren pro Minute. Separator - Nobel kann auch mit leichten Lösungsmitteln arbeiten und hat auch hierfür besonders entwickelte Zentrifugen.

Herr Backlund berichtet über weitere Versuche, die er im Anschluss an den Bericht der Bergedorfer Eisenwerke vom 9.9.1938 gemacht hat. Die Schwierigkeiten, die er bei der Entparaffinierung der ihm gesandten Probe (Paraffinfraktion der Destillate aus der Frankfurter Vakuum-Destillation) hatte, sind nach seiner Ansicht auf einen grossen Gehalt an Asphalt- und Harzstoffen zurückzuführen. Diese wären wahrscheinlich in den letzten Anteilen der Destillate enthalten. Herr Backlund hat bis jetzt nur Laboratoriumsversuche durchgeführt und wird in diesen Tagen kleine Zentrifugenversuche durchführen, um über die Anwendbarkeit der Zentrifugen endgültige Klarheit zu gewinnen. Weiter wird er Versuche mit anderen Lösungsmitteln vornehmen, z.B. Aceton bezw. Aceton + plus Diolol - Äthylen.

Die ca. 24.9. hoffen Nobel und Bergedorfer Eisenwerke ~~aus Versuchsunterlagen vorlegen zu können.~~

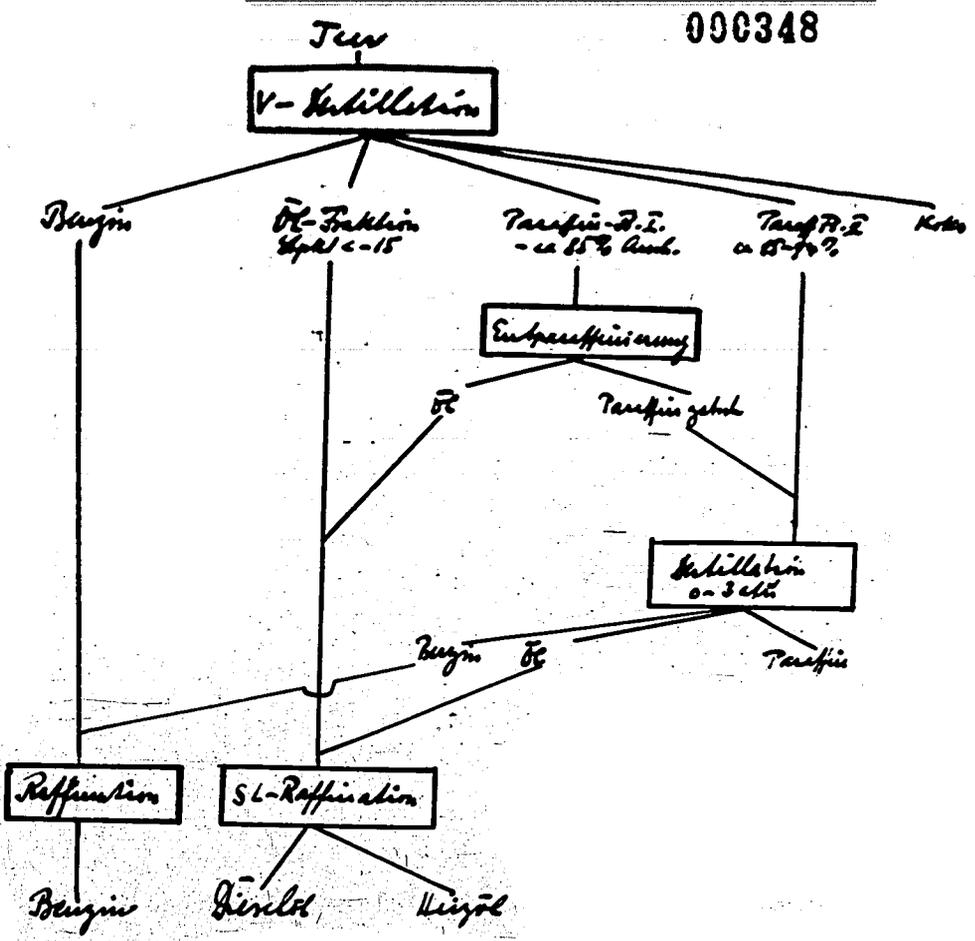
Wenn wirklich die bei der Vacuum-Destillation anfallenden letzten Procente an Destillat infolge ihres hohen Gehaltes an Asphalt- und Harzstoffen die Entparaffinierung so stark erschweren und praktisch unmöglich machen sollten, könnte man so arbeiten, dass man die Paraffinfraktion bis zu einem noch festzulegenden Temperaturpunkt gewinnt und als zweite Fraktion einen Harz- und Asphaltstoffen stark angereicherte Paraffinfraktion abnimmt. Die erste würde man zur Entparaffinierung geben, während die zweite Paraffinfraktion direkt in einer Spaltenanlage in Öl bzw. Öl + Paraffin verarbeitet würde. (Vergl. beiliegendes Schema).

Herrn Backlund nannte einige Preise für verschiedene Entparaffinierungsverfahren:

1. Nach seinen Angaben kostet unter Zugrundelegung sonst gleicher Verhältnisse 1 $\text{t} = 2,50 \text{ RM}$
Entparaffinierung mit Propan 2,4 $\text{t/bbl.} (= 3,78 \text{ RM/100 l})$
" " " Benzin 2,2 $\text{t} (= 3,46 \text{ " " "})$
" " " nach Nobel 1,9 $\text{t} (= 3,00 \text{ " " "})$
2. Bei 100 Tagedonnen Öl, bei Verwendung von 300% Lösungsmitteln und unter Kühlung auf -20° , auf einen Stockpunkt des Öles von -15° , kostet die Entparaffinierung nach Separator Nobel:

	<u>Ölausbeute:</u> %	<u>Gatsch-Ausbeute:</u> % mit % Paraffin		<u>Kosten:</u> RM je t
einstufig	82	18	40	11,-
zweistufig	85	15	49	13,- - 14,-

Schemo einer Verarbeitungsanlage für Braunkohlenteer
 (Anlage für Dephlegmierung in Hamburg am 16.9.36.)



Klein 20/9.36.

100342

Herrn Professor K e r t z e .

Metz.: Bubiag-Teer.

In der Anlage überreichen wir die Untersuchungsergebnisse einer Teerprobe, die aus dem Vortrockner der Bubiag-Gleichstrom-Anlage in Ruhland bei Versuchen mit Mückenberger Briketts stammte und von der Bubiag mit Schreiben vom 31.8.38 eingesandt worden ist.

Die analytischen Daten sind in Tafel 607 zusammengestellt. Demzufolge hat der Teer einen Paraffingehalt von ca. 9%, enthält jedoch rund 30% Kresote. Dieser hohe Kresotgehalt lässt die Gewinnung von Dieseltreibstoff nicht lohnend erscheinen, da z.B. bei Behandlung mit selektiven Lösungsmitteln der gewinnbare Anteil an normalgerechtem Dieseltreibstoff gering sein und schätzungsweise bei rund 25% liegen dürfte (Untersuchungen hierüber liegen noch nicht vor, da die Probe hierfür nicht ausreichte), während der Heizblanteil sehr hoch wäre.

Wie die Tafel 607 zeigt, lässt sich der Teer auch ohne vorherige Destillation gut entparaffinieren und liefert ein Paraffin normaler Beschaffenheit. Auf Grund der hier ausgeführten Vorversuche wäre folgender Aufarbeitungsweg weiter zu verfolgen:

- 1.) Entparaffinierung des originalen Teeres mit Benzol-Methanol-Gemisch und Trennung in
 - a) 20% Paraffingatsch,
 - b) 80% entparaffinierten Teer mit Stockpunkt - 10 bis - 15° C.
- 2.) Normaldruckdestillation des Paraffingatsches bis auf Koks mit einer voraussichtlichen Ausbeute von ca. 80% an Destillat.
- 3.) Aufarbeitung des Destillats auf Tafelparaffin nach bekannten Verfahren.

Die hierbei anfallenden Öle kommen zum entparaffinierten Teer. Auf diese Weise würde man gewinnen:

900550

- a) ca. 9% Raffin,
b) ca. 97% entparaffinierten Teer mit rund 30% Kresoten.
Einer Verwendung dieser Ole allein als Heizöl steht immer noch der hohe Kresotgehalt entgegen, da Heizöle nicht mehr als rund 20% Kresote enthalten sollen, doch in Vermischung mit anderen Kresotarten Olen lässt sich ein gut brauchbares Heizöl gewinnen.

Um diese Fragen entscheiden zu können, wäre eine genaue Untersuchung einer grösseren Probe erforderlich, zumal gemäss dem Schreiben der Rubig vom 31.8. die vorliegende Probe kein zuverlässiges Ausfallmuster darstellte.

Edr.: Hg,
H,
Wlk.

Untersuchung von Bubiag-Teer.

Nähere Bezeichnung: Teer aus dem Vertretter der Gleichstrom-Anlage in Pohlend, gewonnen bei Versuchen mit Mächlerberger Briquets. Sam. Schmelzen der Bubiag vom 31.8.38.

000351

Die Daten beziehen sich sämtlich auf den entwässerten Teer.		Original- Teer	Teer entparaffiniert
Wasser	%	(2,2)	-
Dichte bei 20°C		0,960	0,985
Siede-Analyse (nach Engler)			
Siede-Beginn	°C	198	150
- 210°	Vol. %	4	4,5
- 250°	"	22	26,5
- 300°	"	45	50,5
- 320°	"	52	60
- 350°	"	62	75
- 360°	"	65,5	80
Stockpunkt (Stellung)	°C	+ 32,5	- 16
Normalbenzin - Unlösliches	%	0,9	1,4
Benzol - Unlösliches	"	Spuren	0,19
Verkokbarkeit	Asphalt	ca. 18	22
(Hagemann-Hammerich)	Koks	1,6	2,3
Kreosote (im Destillat bis 300° bestimmt)	Vol. %	26	30
Paraffingehalt	Gew. %	21,8	0
(ölhaltiges Kohparaffin) ¹⁾			
Heizwert	H _o	-	10 000
	H _u	-	9445
Wasserstoff (aus H _o und H _u errechnet)	%	-	10,5

¹⁾ Der Gehalt an Reinaraffin liegt bei ca. 9%.

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Edeleann - Gesellsch. m. b. H.Berlin - Schöneberg,
Martin-Luther-Str. 61-66.

in Berlin am 4.10. 19 38.

Anwesend:

Prof. Dr. Terres,	} Edelmann Gesellschaft Berlin
Dipl. Ing. Hoppe,	
Dr. Karl Fischer,	

Dr. Herbert Lurgi

Dr. Lohmann R.B.

Verfasser: Dr. Lohmann**Durchdruck an:**Hg,
*,
Dr. Herbert.**Zeichen:****Datum:**

RB Abt. BVA Lohm/Op. 7.10.1938.

Betrifft: Braunkohlenteer-Verarbeitung.

Die Edelmann-Gesellschaft ist jetzt eine Tochtergesellschaft der Deutschen Erdöl A.G. und hat keine ausländische Kapitalbeteiligung. Sie selbst hat aber für ihre Auslandsaufträge Tochtergesellschaften im Ausland. Einnahmen aus inländischen Aufträgen und Lizenzvergaben bleiben demnach im Inland.

Die Gesellschaft baut seit langen Jahren Anlagen zur Raffination von Mineralölen nach dem SO_2 -Verfahren und neuerdings auch Anlagen zum Entparaffinieren von Ölen und Raffination von Paraffin mit SO_2 . In Deutschland läuft noch keine Anlage dieser Art, selbst nicht bei der D.E.A. Im Ausland hat Edelmann aber bis jetzt 59 Raffinations- und Entparaffinierungs-Anlagen mit insgesamt 24 000 Tagestonnen Leistung errichtet, von denen eine seit 28 Jahren ununterbrochen in Betrieb ist. Z.B. sind Anlagen in Betrieb:

1. „ Aquilea“ in Triest
2. Manchester Oil Refinery
3. Lobitos Fields Co Ellesmereport;

im Bau:

4. Hendaroy Anglo Iranian Oil Co
5. Romsa in Fiume
6. Prusovo in Bukarest.

Die Gesellschaft hat kürzlich in Berlin-Tempelhof ein Forschungs-laboratorium mit ausgezeichneten halbleitenden Versuchsanlagen er-richtet, in welchem 20 Chemiker und 50 weitere Angestellte und Ar-beiter beschäftigt sind. Die Forschungsstelle, deren Errichtungskosten auf über 1/2 Million geschätzt werden, gibt zweifellos Ge-winn für eingehendste wissenschaftliche Durcharbeitung der von der Adelsmann-Ges. übernommenen Projekte.

1. Entparaffinierung.

Die Entparaffinierung erfolgt nach dem in der Anlage 1 beige-farbenen Schema. Öl und SO_2 werden bei einer über den Siedepunkt des los liegenden Teer für verflüchtigt, wobei keine Verschlammungs-bildung eintritt, und dann unter dauerndem Röhren auf die erforder-liche Temperatur abgekühlt. Die mit den Paraffinkristallen durch-setzte Flüssigkeit wird kontinuierlich auf einem Buckauer Zellen-filter abfiltriert, in welchem 4/5 des Aufganges abgeseigt wird. Auf dem letzten Drittel kurz vor dem Abstreifen wird zur Erleich-terung der Abgabe des Filterkuchens etwas Überdruck von der Un-terseite gegeben. Entparaffiniertes Öl und Paraffingatsch werden in zwei getrennten Anlagen von der SO_2 getrennt. Die SO_2 geht im Kreislauf in den Prozess zurück. Der Verlust an SO_2 ist gering.

Von der Burgi Frankfurt waren für die ersten Versuche 50 kg höchstochendes Destillat aus der in Frankfurt durchgeführten Hoch-vakuum-Destillation des Hirschfelder Teeres (vgl. Bericht vom 6.9.1938) zur Verfügung gestellt. Mit diesem Teer wurde uns ein Versuch vorgeführt, der erkennen liess, dass der xx erwonnene Paraffin-gatsch nur noch geringe Mengen Öl enthält. Die Adelsmann gab an, dass ihre in gleicher Weise mit diesem Material durchgeführten Ver-suche ergeben haben:

Öl mit Siedepunkt - 15° C	85 Gew.%
Paraffingatsch mit Erw. Pkt. 53° C	15 "

Da der analytisch festgestellte Paraffingehalt bei 10-11% liegt, enthält der Gatsch rund 30% Öl. Von dem bei obigem Versuch-gewonnenen Paraffingatsch und entparaffiniertem Öl werden uns Pro-ben zur weiteren Untersuchung zugehen.

Der Leiter der Forschungsstelle, Dr. Fischer, erklärte, dass nach den bis jetzt ausgeführten Versuchen am Zellenfilter und auf der Versuchsnutsche (die uns ebenfalls xxx in Betrieb mit dem Hirschfelder Teer vorgeführt wurde) die Entparaffinierung dieses

Blatt 3 zur Abrechnung vom 7. Oktober 1938.

Material keine Schwierigkeiten bereitet. Die Unterschiede, die gegenüber den in Woltan mit anderen Lösungsmitteln gemachten Versuchen und den Versuchsergebnissen der Separator Nobel in Hamburg bestehen, dürften wohl in der besonderen Selektivität der SO_2 zu suchen sein, welche die Asphaltstoffe pp. in Lösung hält.

Die Gesellschaft will mit weiteren Teerproben (s. unter Versuchsprogramm) versuchen, originale Teer zu entparaffinieren, wenn dies gelingt, wird die Destillation des Teerflüssigkeitses erspart und nur die Destillation des Paraffingutes erforderlich, ob auch diese wegfällt, soll ebenfalls untersucht werden.

Die gesamten Entparaffinierungskosten glaubt die Edleuana an Hand der bisherigen Versuche mit rund 10,- RM je Tonne Ausgangsmaterial ansetzen zu können. Vorläufige Zinsen s. Anlage 2.

II. Extraktion (Refination).

Die Extraktion wird bei tiefen Temperaturen (+5 bis -15°) mit SO_2 und einem zweiten Lösungsmittel durchgeführt, als welches voraussichtlich olefinfreies Leichtbenzin angewendet werden kann. Die von Edleuana bislang im Hirschfelder Teer gemachten Vorversuche haben ergeben, dass das Verfahren prinzipiell mit guter Ausbeute Anwendung finden kann; da es sich aber nur um Testversuche gehandelt hat, wurden Angaben über Arbeitstemperatur und Ausbeutezahlen nicht gegeben.

Edleuana hat um Angabe der vor einiger Zeit erlassenen Normvorschlüge für Anforderungen an Dieseldkraftstoffe gebeten.

Das Schema der Refinationsanlage enthält Anlage 3. Wenn Entparaffinierung und Refination zusammengekoppelt werden, fällt bei der Entparaffinierungsanlage der Filtrat-Verdampfer (der mit gestrichelter Linie abgegrenzte Teil auf Anlage 1) weg. Die Lösung von entparaffiniertem Öl + SO_2 wird im „Mixer“ mit dem zweiten Lösungsmittel (gegebenenfalls Hydrierbenzin) im Gegenstrom behandelt, wobei nach dem Abreiben der SO_2 und des Lösungsmittels Extrakt (Heizöl) und Raffinat (Dieseltreibstoff) erhalten werden.

Die Refinationskosten dürften sich schätzungsweise auf ca. 5,- RM je Tonne Ausgangsmaterial stellen.

III. Aufarbeitung des Paraffingutes.

Edleuana will die Entslung des Paraffingutes mit SO_2 versuchen, was in anderen Fällen zum Erfolg geführt haben soll.

Die gegebenenfalls erforderliche Vakuumdestillation des erhaltene Paraffins will Lurgi ausführen, falls nicht im Interesse der Qualität des Paraffins eine Normaldruck-Destillation ~~ange~~ ~~recht~~ erscheint. Eine Selektivbehandlung des Paraffins ist vorläufig nicht vorgesehen. Ob das Paraffin zum Schluss „gefälscht“ bzw. „gebleicht“ werden muss, muss noch untersucht werden.

IV. Arbeitsschema.

Nach vorliegenden Angaben wäre folgendes vorläufiges Arbeitsschema gegeben, dessen einzelne Stufen noch geprüft werden müssen. Siehe Anlage 4.

V. Versuchsprogramm.

Wir haben die Herren auf die Dringlichkeit der Aufgaben und Wichtigkeit der beschleunigten Durchführung der Versuche hingewiesen. Folgendes Versuchsprogramm wurde zur sofortigen Bearbeitung seitens Edleleann gemeinsam aufgestellt:

- 1.) Hirschfelder Teer. Lurgi schickt von Frankfurt die beiden bei der Vakuumdestillation erhaltenen Destillate sofort an Edleleann:
- | | |
|------------------------------|-----------|
| Mittelöl (28,1 Gew.% Anfall) | ~ 165 kg |
| Teer (65,9 " " ") | ~ 210 kg. |

Edleleann wird das Mittelöl abdestillieren, da es sich herausgestellt hat, dass infolge unrichtigen Schneidens bei der Destillation der Stockpunkt zu hoch liegt. Den hier erhaltenen Rückstand wird Edleleann im Anfallverhältnis zum Teer-Destillat geben. Diese Mischung wird untersucht:

- a) Entparaffinierung, wobei entparaffinierter Teer und Paraffingatsch erhalten werden,
- b) Raffination des entparaffinierten Teeres, wobei Extrakt (Heizöl) und Raffinat (Dieseltreibstoff) erhalten werden,
- c) Weiterverarbeitung des Paraffingatsches.

2.) Böhlener Spülgas-Schwelteer. Die für die entscheidenden Versuche vorgesehenen Mengen sind durch Herrn Professor Heinze, der ein Gutachten über die Versuche abgeben soll, zur Verfügung gestellt worden.

Von den Ölen

	Anfallverhältnis	Bezeichnung
a) Vorkühlerteer	20 Gew.%	L.W. 171
b) EGR-Teer	45 "	L.W. 170
c) Mittelöl	25 "	L.W. 172
d) Leichtöl	20 "	L.W. 173

000350

Blatt 5 zur Aktennotiz vom 7. Oktober 1938.

sollen von den ersten drei Produkten sofort je 50 kg an Edeleann zur Verfügung gestellt werden. Edeleann wird sofort das Mittelöl derart schneiden, dass die leichten Anteile bis 200° abgenommen werden, die Fraktion von 200° bis zu dem Punkt, an welchem der Siedepunkt auf -15° steigt, wird gesondert abgenommen, der Rest wird im Ausfallverhältnis zum ROE-Feer gesondert.

An dieser Mischung (ROE-Feer + hochsiedender Anteil aus dem Mittelöl) wird die Knapuraffinerung studiert werden, ebenso an dem Vorkühlerfeer. Da analytische Daten dieser Produkte nicht vorlagen, konnte das Programm nur in allgemeinen Richtlinien festgelegt werden.

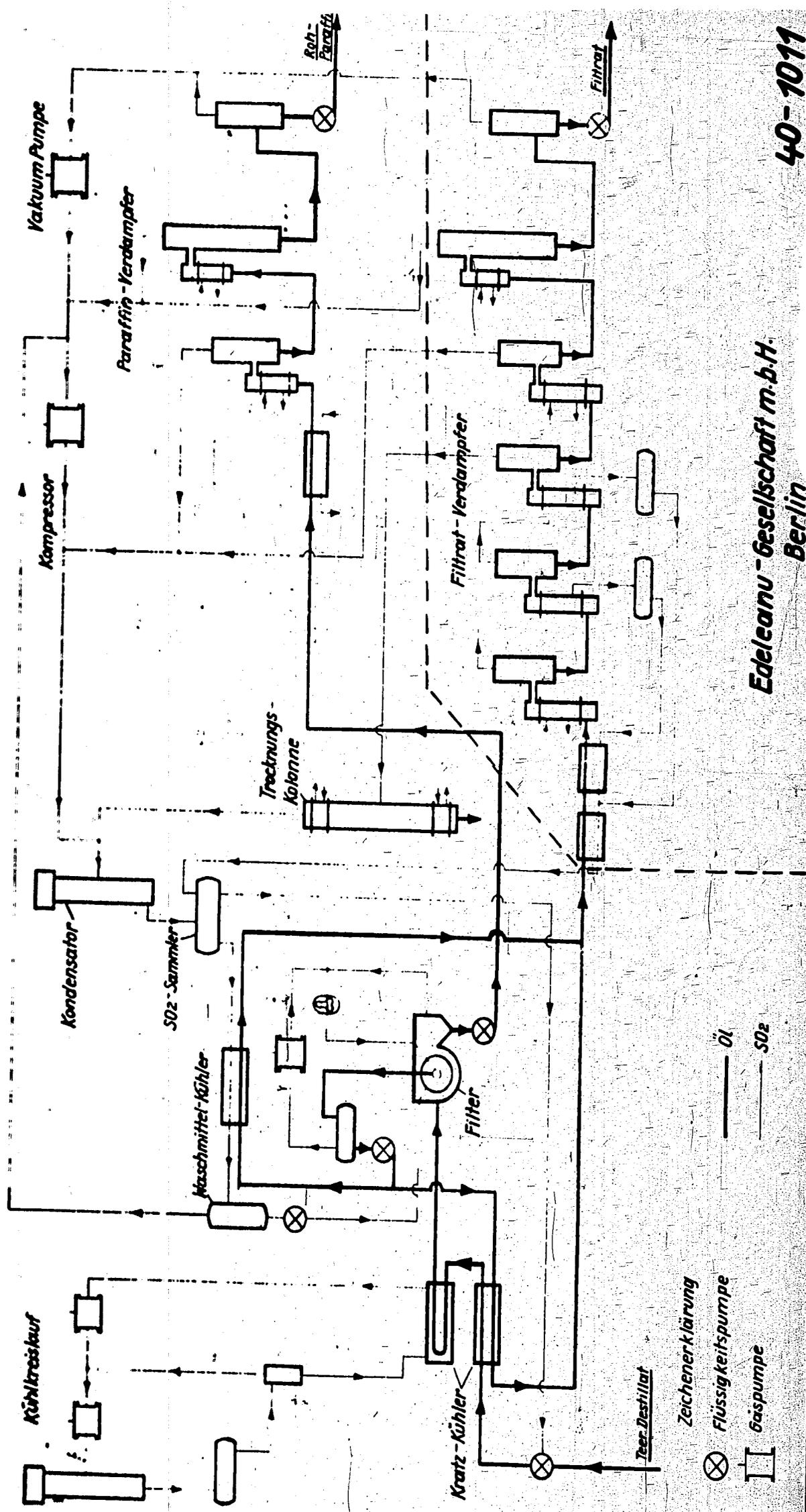
Edeleann hat uns zugesichert, in Anbetracht der Dringlichkeit der Projekte alles daran zu setzen, in spätestens acht Tagen dieses Versuchsprogramm abzuwickeln. Dann sollen in einer gemeinsamen Besprechung die Ergebnisse vorgelegt und Richtlinien für die Grossversuche festgelegt werden. Weiterhin hat sich Edeleann bereit erklärt, die Aufarbeitung der grossen Mengen Mirschfelder und Böhlemer Feer unter Einsatz ihrer gesamten wissenschaftlichen und technischen Apparate derart zu beschleunigen, dass sie bis zum 1. November in der Lage ist, in grossem Rahmen ein vollständiges Angebot mit Garantiezahlen vorzulegen und grössere Mengen Dieseltreibstoff, Heizöl und, wenn möglich, auch Paraffin zur Verfügung zu stellen. Mit der Hinzuziehung eines von der Regierung zu benennenden Sachverständigen hat sie sich einverstanden erklärt.

Ddr.: Hg,
W,
Dr. Herbert.

000357

Schema einer Anlage zur Entparaffinierung von Teräol-Destillat

LA 5 131
Anlage 1.



Edeleanu-Gesellschaft m.b.H.
Berlin

40-1011

Kosteneffizienzkosten nach Anlage Edelenan.

Grundlage: Anlage von 250 000 t Ausgangsmaterial/Jahr
 = 750 t/Tag = 5250 t/Jag.

<u>I. Betriebskosten:</u>	je t Aus- gangsmaterial:	Preis: RM/t	ausg.-Wert
1. Strom	80 kWh	0,07 RM/kWh	1,60
2. Abdampf (1,5 atü)	850 kg	1,50 RM/t	1,27
3. Frischdampf (9")	50 kg	2,— "	-1,10
4. Kühlwasserbedarf (Rückkühlwasser)	80 m ³	0,005 RM/m ³	-0,40
5. SO ₂ -Verbrauch	4 kg	0,20 RM/kg	-0,80
			<u>4,17</u>

II. Lohnkosten: 6 Mann je Schicht = 18 Mann je Tag
 zu 3000,— RM/Jahr 54000 RM/Jahr

III. Anlagekosten:

Edelenan-Anlage	3,3 Mill. RM		
Zusatzanlage (Tanks pp)			
+ 40%	1,2 " "		
schlüssel fertige Anlage	4,5 " "		
Kapitaldienst u. Verzinsung 20%	90000 " "		
Reparaturen	90000 " "		
	1.044000 " "		<u>4,26</u>
			8,43

IV. Lizenz: 380000 £ = 950000 RM,
 zahlbar in 5 Jahresraten=190000 " "
0,78

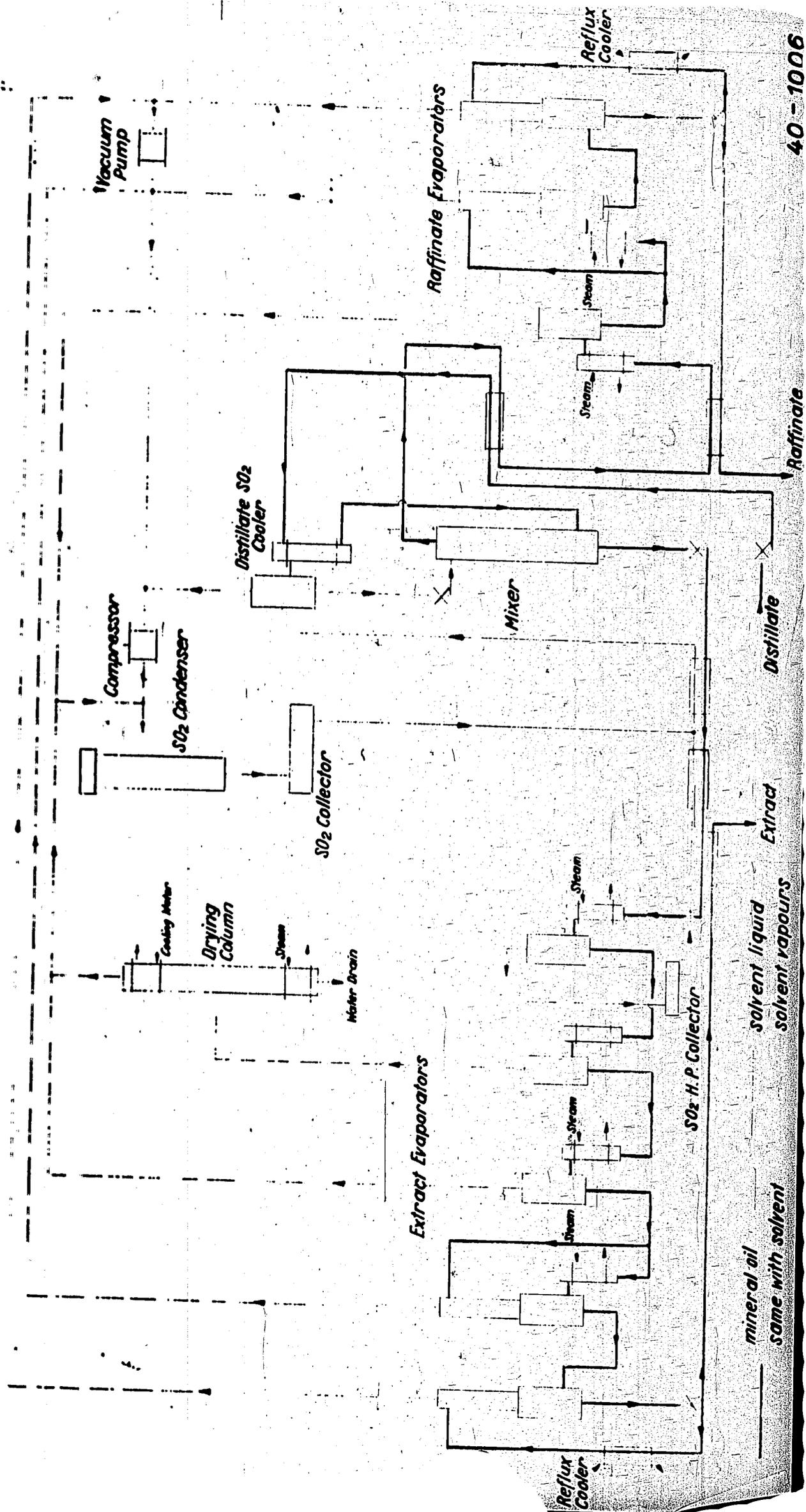
Entparaffinierungskosten je t Ausgangsmaterial 9,21

Flowsheet of an Edelmann - Plant for Extraction of Kerosene

... Anlage 3.

000359

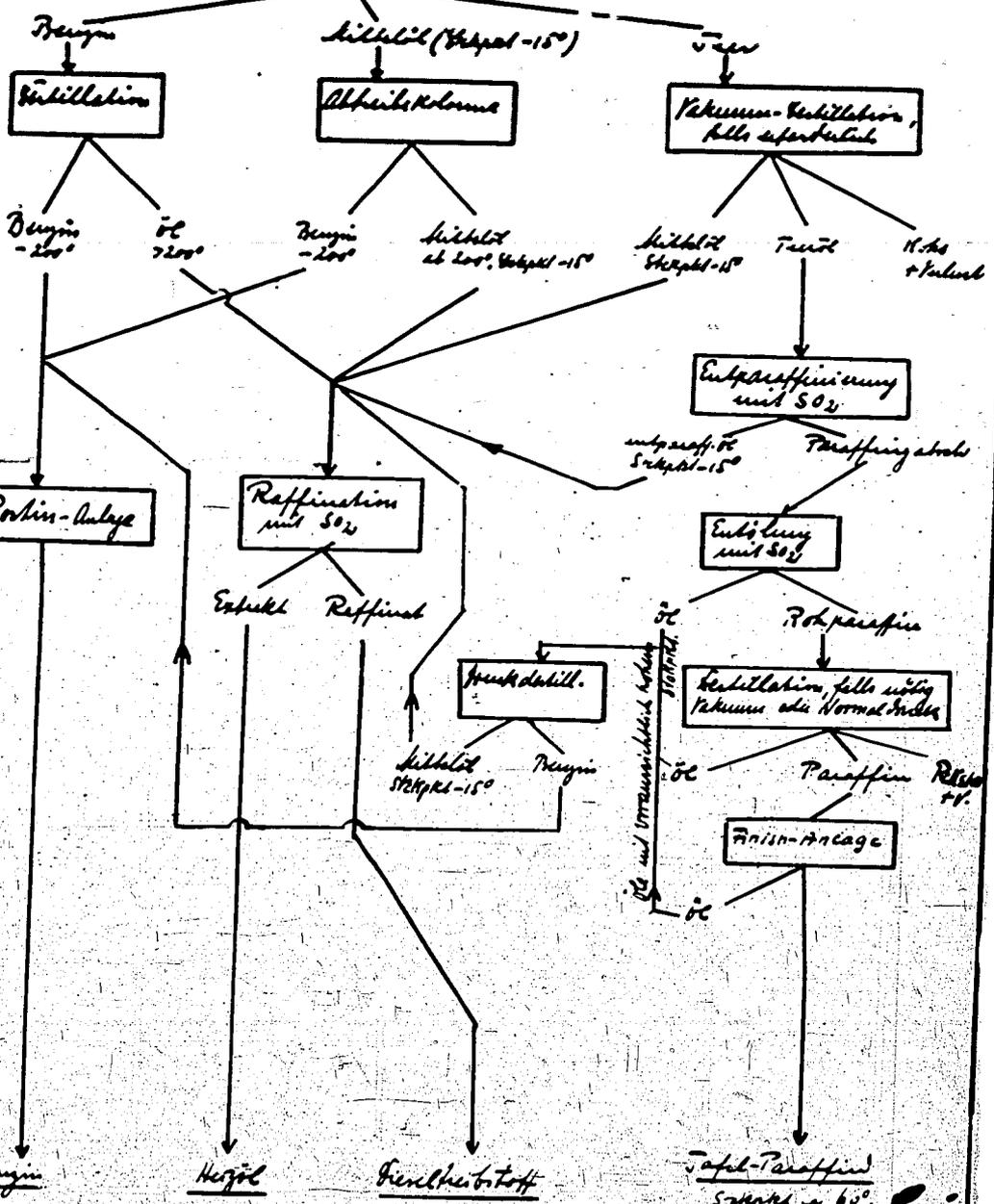
or Benzin



Gehvers zur Aufbereitung von Braunkohlenteer

900360

Braunkohle



Leben 5.10.38

530361

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Lochmann

in Berlin am 4.10. 1938

Durchdruck an:

Herrn Dir. Dr. Hagemann
 " Dir. Waibel
 " Dr. Herbert

Anwesend:

Prof. Dr. Heinze) Techn.H. Berlin
 " Harder)
 Dr. Herbert Lurgi
 Dr. Lochmann RB

Zeichen:

Datum:

RB Abt. BVA Lohm/Rdm. 7.10.1938

Betrifft: Braunkohlenteer-Aufarbeitung.

Wir haben Herrn Prof. Dr. H e i n z e von unseren Verhandlungen mit der Edleanu-Gesellschaft an gleichen Tage (vergl. Aktennotiz) Kenntnis gegeben und ihn gebeten, von den bei ihm lagernden Mengen des Böhleener Teeres sofort je 50 kg an die Versuchsstelle der Edleanu-Gesellschaft, Berlin-Tempelhof zu liefern. Prof. Heinze hat uns zugesichert, dass die Proben noch am 5. Oktober an die Edleanu-Gesellschaft geliefert werden.

Prof. Heinze teilte uns die in seinem Laboratorium ermittelten Daten des Teeres mit:

	Leichtöl	Mittelöl	EGR-Teer	Vorkühler-teer
Dichte	0,826/20°	0,927/20°	0,929/50°	0,915/80°
Siedebeginn °C	56	160	230	290
- 100 °C Vol. %	17,0			
150 " "	76,0			
180 " "	95,5			
190 " "	97,0			
200 " "		15,0		
250 " "		56,5	4,0	
300 " "		86,0	9,5	
320 " "		91,5	18,5	
330 " "		94,5	28,5	
336 " "		97,0		
Siedende °C	191	336		
S.K.Z.	129	246		

00002

Man 2 zur Aktenanzahl vom 7.10.1938

Prof. Heinze erklärte sich mit unseren mit Adelecan getroffenen Abmachungen einverstanden und will sich seinerseits mit Prof. T e r r e e zur Beschleunigung der Arbeiten in Verbindung setzen.

Für den Fall, dass die Gewinnung der Paraffine nicht gewünscht werden sollte, würde Verkrackung des Paraffin-Cateches auf Dieselöl erforderlich sein werden. Da auch dieser Fall zu verfolgen, will Prof. Heinze die Verkrackung unter leichtem Druck erproben. Eine Klasse mit 50 kg Nutzinhalt, die auf 15 atü abgedrückt ist, steht in Holten im Forschungslabor zur Verfügung. Herr Prof. Heinze hat darum, dass in dieser Klasse in seiner Anwesenheit Versuche vorgenommen werden, was ich ihm zugesichert habe. Da unter Umständen an der Apparatur einige kleine Umänderungen vorgenommen werden müssen, werde ich Herrn Prof. Heinze umgehend eine Zeichnung der Klasse einsenden.

Heinze

000308

Aktennotiz

Über die Besprechung mit der
Edelmann-Gesellschaft

Verfasser: Dr. Lochmann

in Berlin am 17.10. 19 38

Durchdruck an:

Hg.
H.
Dr. Herbert.

Anwesend:

Prof. Dr. Terres }
Dr. Grote }
Dipl.-Ing. Hoppe }
Gen. Dir. Gröber DEA (zeitweise)
Dr. Herbert Hargl
Dr. Lochmann Kurbensin

Zeichen:Datum:

RB Abt. HTA Lohn/Op. 19.10.38.

Betrifft: Schweltee-Verarbeitung.Vorgang: Aktennotiz vom 7.10.38.

Die Herren der Edelmann-Gesellschaft führten aus, dass ihre Versuche über Entparaffinierung ergaben haben:

- 1.) der Hirschfelder Druckverflüssigsteer ist leichter als der Böhlemer-Schwelteeer entparaffinierbar;
- 2.) der Böhlemer EGR-(Schwel)teeer erfordert voraussichtlich eine zweistufige Behandlung, 1. Stufe mit SO_2 , 2. Stufe mit SO_2 mit Holzöl;
- 3.) der Böhlemer Vorlageteer kann ohne vorherige Entstaubung entparaffiniert werden; diese Entparaffinierung wird zweckmäßigerweise getrennt von der Entparaffinierung des EGR-Teeres durchgeführt. Das anfallende Paraffingatsch-Gemisch kann filtriert werden. Der erhaltene staubfreie Paraffingatsch wird entweder durch Destillation und entsprechende Weiterverarbeitung auf Tafelparaffin verarbeitet oder, falls die Erzeugung von Paraffin nicht gewünscht wird, durch leichte Druckwärmespaltung auf Öl verarbeitet, welches zusammen mit dem EGR-Teer selektiv verarbeitet wird.

Edelmann wird durch Vorversuche diese Vorschläge noch genau studieren und für in Holten versuchsmäßige Spaltversuche eine Menge von 10 kg Paraffingatsch aus ihren Versuchen senden.

Insichtlich ffl. 1100 ist Bedenke zu machen, ob es mit ge-
 rade, um den im Anhang zu finden. Die will durch weitere
 Versuche die Fr. en wo weit klären, dann sie in der Lage ist, bis
 zum 1. November mindestens die Verfahren mit dem fernen Abbau-
 von, unter Ver. se von mehreren Handröhren, abhien zu können.
 Hierzu wendet sie sich unter der 50 kg Kalk-Geer, deren sofortige
 Zurverfügungstellung Herr Dr. Lardor, in Vertretung von Herrn
 Professor Heinze, freundlich zugesichert hat.

Herr Dr. Lardor sicherte fernerhin für die Fraktionen zu, dass
 er sofort von A.W. weitere 1 1/2 t Vert. Geer, HCl-Geer, Mittel-
 Hl und LeichtHl in Anfall stellt. In Anforderung wurde, da die bis-
 her vorhandenen Mengen bis auf weitere 1000 kg demontiert werden
 sollen. Er sicherte ferner zu, dass in dem Institut für physikalische
 Chemie die MittelHl in die drei Fraktionen

- 1.) LeichtHl bei 200° siedend,
- 2.) MittelHl mit Siedepunkt - 15°,
- 3.) Rückst. Hl

geschnitten würde, damit für die weiteren Versuche die beiden
 letzten Fraktionen zur Verfügung ständen. Die bei 200° siedende
 LeichtHl sei bereits, wie Dr. Lardor erklärte, an Kustin zur
 Abstufierung gegeben worden.

Die ursächlich von Bedenke zu machen Ursache, bis zum
 1. November auf die Verarbeitung der 1 1/2 t Material ge-
 stütztes Angebot, unter Zurverfügungstellung großer Mengen Die-
 seltriebstoff und Heizöl einzureichen, kann also nicht eingelie-
 tet werden; sie hat sich jedoch zu der oben besprochenen Durch-
 führung der Versuche und Einreichung des Angebots für eine
 Menge von 150 000 Jahressteinen verpflichtet. Die Untersachung
 der Produkte soll, soweit sie daleanu nicht ausgeführt kann, im
 Versuchslaboratorium BB erfolgen.

Zum Schluss der Besprechung nahm Herr Gen. Direktor Gruber
 der Deutschen Erdöl A.G. (der Luttergesellschaft der Bedenke Ges.)
 an der Aussprache teil. Herr Gruber führte einleitend aus, dass er
 nicht einsehe, warum wir uns um die Auffindung eines neuen Feuer-
 verarbeitungsverfahrens bemühen. Die DEA besitze doch ein auf
 leichter Wärmespaltung beruhendes Verfahren, sie liefere 75% Aus-
 beute an flüssigen Produkten, welche zum geringen Teil aus Benzin
 und Dieseltriebstoff und zum größeren Teil aus testerechten
 Heizöl mit hauptsächlich 20% Kerosin bestanden. Er halte es für

entweder lassen, dass mit einer 20%igen Grenze die
Anforderung der 20%-Grenze in dem Bereich der Möglichkeiten gegeben werden
könnte. Weiterhin sei es wichtig, auf Erfolg hoffen zu wollen, in der deutschen Markt so gut wie vollkommen abgeklügelt
sei. Herr Dr. Terbert und ich sollten es für richtig, in der sich
ergebenden Diskussion unsere Aufgabe zu lösen und nur so
weit zu gehen, dass Herr Dr. Terbert wohlwollend zugeben musste, dass
die Weiterverfolgung anderer als obelmann beschlossener Versuche
durchgeführt werden müsse.

Herr Terbert hat aber daran, Herr Ergi und Unbenzin ihm die
für seine Versuche an erforderlichen Material von über Energieh
len der Umstellung, Fischerpatente usw. nur Verfügung stellen, da
er beabsichtige, seine erste eine Patente rief anzuknüpfen. In
welcher die Umstellung mit der Verfahren - Umstellung, Anverarbeiten
und Fischer - Patente best. Anknüpfung, Anverarbeiten
und Fischer - Patente über die Umstellung in jeder Beziehung
nachgewiesen sei, wobei die Frage, welcher Weg der Anverarbeiten
gewählt werden solle, erst in zweiter Linie in Betracht zu stellen
sei. Ich habe Herrn Gröber zugewinkt, seinen Vorschlag an die Direktion
der Ruhrbenzin sofort mitzuteilen.

Durchschrift

Herrn Professor Dr. Heilmann,

Institut für Braunkohlen- und Mineralien-
forschung an der techn. Hochschule in

Berlin - Charlottenburg
Charlottenburger Ufer.

RB Abt. BVA Lohn/Op.

20. Oktober 1938.

Repr.: Schmelzvor-Verarbeitung.

Unter Bezugnahme auf die fernmündliche Unterredung, welche Herr Dr. Lochmann am 17.10. mit Ihnen Herrn Dr. Berger in Berlin hatte, teilen wir Ihnen mit, dass die Unterredung, welche die Herren Dr. Herbert - Burgi - und Dr. Lochmann mit der Firma Heilmann am 17.10. in Berlin hatten, der Besprechung der inzwischen erlittenen Versuchsergebnisse und Festlegung der Richtlinien für die weiteren Vorversuche diente. Herr Professor Torres hat es übernommen, Sie über die Einzelheiten dieser Aussprache zu unterrichten, in welcher Sie leider verhindert waren teilzunehmen. Ein endgültiges Versuchsprogramm könnte noch nicht festgelegt werden, da der Stand der Vorversuche noch nicht genügend weit fortgeschritten war. Dies soll in einer in ca. 10 - 12 Tagen stattfindenden Besprechung erfolgen, sobald die derzeitigen Versuchsarbeiten der Heilmann als abgeschlossen gelten können. Bis dahin sollen auch die weiteren Vorarbeiten (Destillation der Rohprodukte) erledigt sein, damit unmittelbar an die Fortsetzung des Programms mit deren Durchführung begonnen werden kann. Von dem vorgesehenen Termin dieser Aussprache werden wir Sie rechtzeitig in Kenntnis setzen.

Herrn Dr. G. Dr. Meisinger

20. Oktober 1938.

Da die bei Ihnen lagernden Teerungen, wie Herr Dr. Harder ausführte, gemischt worden sind, bitten wir Sie, von ASV umgehend weitere 1 1/2 t der Produkte im Aufstellverhältnis auszufordern; Herr Dr. Harder hat dies bereits zugesichert.

Das Mittelöl bitten wir Sie in der bei Ihnen zur Verfügung stehenden Anlage durch Destillation in drei Fraktionen

- 1.) Leichtöl, bei 200° abzulassen,
- 2.) Mittelöl mit Siedepunkt von mindestens - 15°,
- 3.) Rückstand, der zusammen mit dem EGR-Teer verarbeitet werden soll.

zu verbleiben und die Fraktionen 2) und 3) der Abgabe zur Verfügung zu stellen.

Das Leichtöl wird, falls es noch Anteile über 200° enthält, ebenfalls zu destillieren; der Rückstand über 200° müsste ebenfalls zu den weiter zu verarbeitenden Teeren gegeben werden.

Von dem bei Ihnen noch unverarbeitet lagerndem EGR-Teer bitten wir Sie, noch 50 kg an Abgabe zu geben, welche diese Menge zu weiteren Vorversuchen benötigt. Wir gehen wohl nicht fehl in der Annahme, dass Herr Dr. Harder, entsprechend meiner fernmündlichen Zusicherung, dies inzwischen veranlasst hat.

Die Reaktionsversuche für Leichtöl sind, wie Herr Dr. Harder ausführte, inzwischen von Ihnen in die Wege geleitet worden. Wir wären Ihnen zu Dank verpflichtet, wenn Sie uns zu gegebener Zeit über das Ergebnis dieser Versuche unterrichten würden.

Ihrer Rückmeldung über die von Ihnen geplanten Druckspaltungsversuche und etwaige Wünsche über den Umbau unserer Druckapparatur sehen wir mit Interesse entgegen.

Heil Hitler!

Herrn Dr. G. Dr. Meisinger

RUHRBEREIN AKTIVGESAMENSCHAFT

W.

Dr. Herbert.

000367

Herz Professor M a r t i a .

Betr.: Gewinnung von Nesseltriebstoff und Heißöl aus Braunkoh-
lentearölen.

III. Bericht.

I. Bericht vom 29. Juli 1938

II. " " 24. Oktober 1938.

Für vorliegende Versuche wurden Böhlemer Schwelprodukte verwendet, welche von ASW-Böhlen gem. deren Schreiben vom 7.9. 1938 für die von Prof. Heinze (Institut für Braunkohlen- und Mineralölschemie der T.H.-Berlin) zu begutachtenden Grossversuche zur Verfügung gestellt wurden:

		betriebl. Anfallverhältnis nach Angabe der ASW
1. Vorkühlerteer	L.W. 171	20 Gew.%
2. EGR-Teer	L.W. 170	45 "
3. Mittelöl	L.W. 172	25 "
4. Leichtöl	L.W. 173	10 "
		<u>100 Gew.%</u>

Die analytischen Daten dieser vier Produkte sind in Tafel 630 zusammengestellt. Der Vorkühlerteer enthält noch 23% Staub und musste für vorliegende Versuche entstaubt werden; für spätere Verarbeitung kann er jedoch vom Betrieb bereits entstaubt geliefert werden.

I. Entperaffinierung des EGR - Teeres.

(Tafel 631)

Die im Forschungslabor ausgeführten Versuche haben ergeben, dass es möglich ist, den EGR-Teer ohne vorherige Destillation zu entperaffinieren. Als Lösungsmittel haben sich Aceton und Benzol-Methanol-Gemisch bewährt, wobei Aceton sich dem Benzol-Methanol-Gemisch als etwas überlegen erwiesen hat. In einem Arbeitsgang konnte ein Peraffingatsch mit 25 - 32% Ölanteile und einem Stockpunkt von 51 - 54° C erhalten werden.

II. Verarbeitungsverfahren der gesamten Produkte oberhalb 200° C.
(Tafeln 632 - 634, 640 - 642)

- Es könnte durch Versuche gezeigt werden (Tafeln 632 - 634), dass es möglich ist, aus der betrieblichen Mischung aus
- 1.) Vorkühlerteer, der nur durch Filtration entstaubt war,
 - 2.) WGR-Teer (ohne vorherige Destillation),
 - 3.) Mittelöl-Rückstand, der durch Abtreiben der paraffinfreien Anteile erhalten war,

durch Entparaffinierung einen Paraffingatsch mit 53° E.P. und einen paraffinfreien Teer zu erhalten. Letzterer, mit der anteiligen Menge des der 200° siedenden Mittelöl-Destillates vermischt, konnte mit AK-Benzin-Methanol-Gemisch selektiv in Dieseltreibstoff und Heizöl zerlegt werden. Unter Berücksichtigung der Aufarbeitung des Paraffingatsches und Weiterverarbeitung der darin enthaltenen Anteile wurden folgende Ausbeuten erzielt:

1. Dieseltreibstoff (testgerecht)	34,8%	} bezogen auf staub- und wasserfreie Produkte oberhalb 200° C
2. Heizöl	44,2%	
3. Paraffin (Tafelparaffin)	15,1%	
4. Verluste	5,9%	
	100,-%	

Der angegebene Verlust von 5,9% besteht hauptsächlich aus den im Labor unvermeidlichen Arbeitsverlusten und würde sich bei der Arbeit im Grossen erheblich vermindern.

Die Edelleanu Gesellschaft hat zwar in ihrem Versuchslabor ausführliche Versuche durchgeführt, die ergeben haben, dass ein Dieseltreibstoff gewonnen werden kann, welcher dank der grösseren Selektivität der SO₂ in Farbe und Testen unserem Versuchsprodukt überlegen ist; diese Laborversuche geben aber für die Ausbeute nicht die geringsten Anhaltspunkte. Da die kontinuierlichen Versuche unter optimalen Bedingungen in der Kippnutsche (Entparaffinierung) und den Turmmischern (Selektivbehandlung) erst in diesen Tagen in Betrieb kommen, konnte die Edelleanu Gesellschaft über die erzielbaren Ausbeuten noch keine verbindlichen Angaben machen. Aus den Besprechungen mit den Herren der Versuchsabteilung kann man aber entnehmen, dass mit einer Mindestausbeute von 43% Dieseltreibstoff gerechnet

werden kann, wobei ebenfalls 436 Heizöl und 146 Paraffin zu erwarten sind. Die z.Zt. in Gang befindlichen Versuche sollen, wie mir versichert wurde, bis spätestens Ende des Jahres über die Arbeitsergebnisse verbindliche Unterlagen liefern, die uns übermittelt werden sollen.

Für die Beurteilung der Qualität hat die Edlebens-Gesellschaft am 1.12.1938 je ein Handmuster Dieseltreibstoff und Heizöl zugesandt (Tafel 640). Die Untersuchung dieser Muster sowohl in Moltan als auch durch Professor Holasek ergab, dass der Dieseltreibstoff in allen Testen vollauf befriedigt und auch das Heizöl den neuerdings gestellten Anforderungen entspricht. Auch die Farbe ist als gut zu bezeichnen. Der etwas zu hohe Stockpunkt der Probe ist ohne Schwierigkeiten zu verbessern. Diese Produkte sind nach dem Arbeitsschema der Tafel 641 gewonnen, welches für die derzeitige Arbeit im Versuchsbetrieb verwendet wird, ohne aber für die Übertragung in die Großtechnik massgebend zu sein.

Die von der Edlebens-Gesellschaft mündlich mitgeteilten Ausbeuten über die Arbeitsgänge bis zur Extraktion, auf Grund der bisherigen Versuche sind in Tafel 642 mit aufgenommen worden, obwohl sie wegen ihrer Unvollständigkeit keine weiteren Schlüsse zulassen.

III. Verarbeitung auf maximalem Heizöl-Anfall.

(Tafeln 635 - 639).

Soll auf Dieseltreibstoff verzichtet und nur Heizöl gewonnen werden, so kann mit folgender Ausbeute, bezogen auf staub- und wasserfreie Produkte oberhalb 200° gerechnet werden:

nach Verfahren	Tafel	Arbeitsweise	Ergebnis in Gew.-%		
			Leichtöl	Paraffin	Verlust
1. Holten	635	Destillation des entsaureten Vorkühler- teeres, Entparaffinierung der Mischung aus Vorkühlerdestillat + EGR-Teer + Mitteldl- destillat	92,3	12,3	3,4
2. Kolonnen	636/637	sie 1. aber Entparaffinierung u. Entblung u. Benzol - SO ₂	78,6	14,1	7,3
3. "	636/637	Entparaffinierung u. Entblung der Mischung aus entsauretem Vor- kühler-teer, EGR-Teer- Mitteldldestillat mit Benzol-SO ₂	80,0	15,1	4,9

Die hier erhaltenen Heiße sind typgerecht.

IV. Raffination und Entschwefelung des Leichtöles.
(Tafeln 643 - 644).

Die Raffination des Leichtöles sollte nach dem Vorschlag von Prof. Heinze nach dem Verfahren von Dr. Rostin erfolgen. Da die ersten von Dr. Rostin zurückgeschickten Proben ein zwar testgerechtes, aber noch stark schwefelhaltiges „Rostinat“ ergab, wurden Vorversuche durchgeführt, ob durch Behandlung des Rohleichtöles oder des Rostinates mit FR-Kasse eine Erniedrigung des Schwefelgehaltes erreicht werden kann. Aus Tafel 643 geht hervor, dass diese Versuche bis jetzt so gut wie keinen Erfolg hatten, die Untersuchungen werden noch fortgesetzt.

Tafel 644 enthält die Ergebnisse der Untersuchungen, die Herr Dr. Velde an den beiden Benzinen „Rohleichtöl“ und „Rostinat“ vorgenommen hat. Die hier angegebenen Schwefelwerte sind als zu niedrig erachtet worden und werden noch nachgeprüft.

Auf Grund meiner Besprechung mit Dr. Rostin in Berlin am 7.12.38 wird Dr. Rostin die Versuche zur weitgehenden Entschwefelung des Leichtöles fortsetzen und hofft, in Kürze bessere Ergebnisse vorlegen zu können.

Ddr.: Hg.

Tafeln.

- 630. Analysedaten der Bühlerer Schmelzere u. -71e L.V.170-173
- 631. Entparaffinierungsversuche
- 632. Verarbeitung A (ohne Destillation des Vorkühlertees)
- 633. Analysedaten aus Verarbeitung A.
- 634. Ausbeutezahlen aus A und Analysedaten des hierbei anfallenden Dieseltreibstoffs und Heizöls
- 635. Verarbeitung B (mit Destillation des Vorkühlertees) mit Ausbeutezahlen
- 636. Versuche E 1 der Edoleanu-Ges.; maximale Heizölausbeute ohne Destillation des Vorkühlertees
- 637. Analysedaten für E 1
- 638. Versuche E 2 der Edoleanu-Ges.; maximale Heizölausbeute mit Destillation des Vorkühlertees
- 639. Analysedaten für E 2
- 640. Untersuchung von zwei Proben der Edoleanu-Ges. v.l.12.1938 Dieseltreibstoff und Heizöl (E 201, 202, 204)
- 641. Aufarbeitungsschemata der Edoleanu-Ges.
- 642. Ausbeutezahlen der Edoleanu-Ges. aus bisherigen Versuchen bis zur Turm-Extraktion
- 643. Versuche zur Entschwefelung des Bühlerer Leichtöls (Versuche Rostin und eigene Versuche)
- 644. Bericht Dr. Velde über Leichtöl und das von Dr. Rostin behandelte (reinstigierte) Leichtöl.

Stöhlen Schwelzen

000372

630.

durch Vermittlung von Prof. Kinge von A.S.M.-Stöhlen gew.-schrieben der
A.S.M. vom 7.9.1938 für die von Prof. Kinge zur beigebachten Analyse zur
Verfügung gestellt.

Ausgaben beziehen sich auf verschiedene Produkte	Finkellaten L.N. 171	ESR-Teer L.N. 170	Mittelöl L.N. 172	restliche Mittelanteile für 170-172	Lichtöl L.N. 178
Ausfelloshaltigkeit 500%	20	45	25	90	10
Benzol-Unterschied %	23	Sp.	Sp.	ca. 5,2	0
Kohle	0.932/60	0.929/50	0.930/30	0.925/60	0.827/20
Harzaphale %	1.7	1.8	Sp.	ca. 1.3	0
Stoßpunkt °C	+46	+38/39	-11	+36.5	-25
Kampferöl (R.-350) %	9.0	14.7	19.5	14.8	7.5
Wasser (Sp.)	(Sp.)	(Sp.)	(0.7)	ca. 0.2	0
Siede - Analyse (Engle):					
Siedebeginn °C	265	247	ca 160	184	57
- 70 °C 10l %					2.5
- 100 " "					20.5
- 150 " "					75.5
- 200 " "			14	2	97.5/190°
- 250 " "			55	13	
- 300 " "	4	6.5	84.5	28	
- 320 " "	7	13	91	33	
- 350 " "	18	35.5	98/345°	51.5	
- 360 " "	22	51		54	
5. 10l % bei °C			190		80
95 " "			338		179
SK Z			251		128.6
Kohlenstoff %	74.60	72.50	79.50	74.90	80.10
Wasserstoff "	10.62	10.09	9.95	10.01	10.35
Schwefel "	1.88	1.35	1.90	1.53	3.5
Ununterschiedliches "	0.00	0.00	0.32	0.09	0.00
Paraffin (Antimon-20) "	26.4	19.5	0.2	14.5	-
Geruch (Abblaus) (mg/100 cm ³)	-	-	-	-	240
" (Abdampfen) "	-	-	-	-	680

Ausgaben beziehen sich auf Stöhlen-Teer

Juli 1938

Erdparaffinierung von Höllener Schmelze.

631

ESR-Form L. Nr. 470.

000373

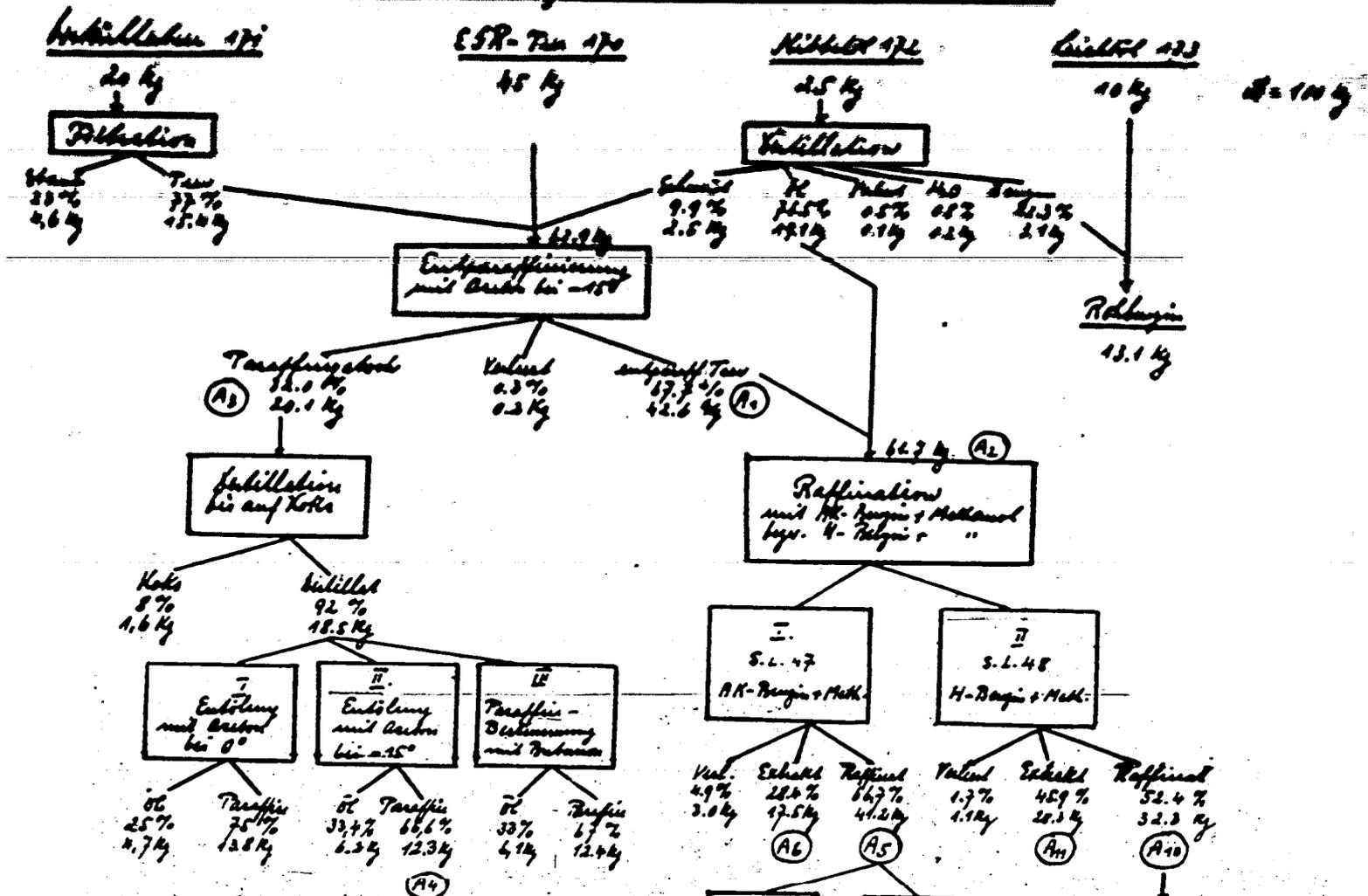
Angew. Fällungsmittel	Aeston	Aeston	Dampf 30 Molal 70	Dampf 30 Molal 70
No	43	44	45	45v
Angew.	100	100	100	267g Paraffin - 40 45
Angew. Fällungsmittel Vol.-%				
a) zum Fälln	500	500	500	500
b) " " Verdünn	1000	1000	1200	800
Temperatur °C	-15	-15	-20	-20
Geruchstauer einw. bischen Mitt.	25	25	40	-
Zusatz: ungesätt. Fett %	73.0	73.7	71.3	73.2
" Stearfin "	26.8	26.0	28.7	26.2
" Inert "	0.2	0.3	0	0.6
Stromausst. ungesätt. Fett °C	-13	-8	-6	-
" Paraffin "	+54	+54	+51	+54
Fichten d. Fällungsmittels	0,792	0,792	0,818	-
" d. ungesätt. Fetts	1,007	1,005	1,008	-
" d. Mischung von Fällungsmittel + ungesätt. Fett	0,828	0,828	0,852	-
" d. Paraffins	ca 0,930	ca 0,930	ca 0,930	ca 0,930
				Paraffin enthält noch Fett

Der erhaltene Paraffinrest enthält, aus der Paraffin-Bestimmung des Rohproduktes berechnet, noch 28-32 % Ölanteile.

Wien 24/11.38.

Höllener Schmelze L.N. 170-176.

A. Bearbeitung des Rohmaterials bei verschiedenen Temperaturen.



Raffinationsversuche

Ausgangsmaterial: A2 = Mischung aus 42.6 kg aufgew. Saure 19.1 + paraffin. 17.7 kg		S.L.		
Versuch No.	S.L.	47	47a	48
Angebrachte Lösungsmittel	Temperatur	AK-Drogen + Meth.	AK-Drogen + Meth.	H-Drogen + Meth.
Angebrachte Menge	ccm	800	-	186
Raffination nach Schema	g	795	-	185
Angebrachte Menge Lösungsmittel	AK-Drogen	314	225	-
	H-Drogen	-	-	312
	Methanol	314	120	312
	Wasser	14	14	5
Produktion (bezogen auf A2)	Raffinat	A5 = 26.7	A8 = 95.8	A10 = 52.4
	Verlust	A6 = 28.4	A9 = 4.2	A11 = 75.9
Aus dem Raffinat erhaltenes Fraktion bei 360°		A7 = 73.6	A9 = 65.2	A14 = 73.0

* In der Raffination wurde nicht festgestellt, dass in 47a mehrmals nachparaffiniert.

632.

Wien 29. 1930.

Analytische Daten der Produkte aus Veresterung der Füllstoffe
Schwefelwasser und Sulfone A.

633.

000375

No.	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	AB	AG	-	AD	AM	AN	AO
Speicherung	ausgef. im mutter													
Büble bei 20°C	1.72	0.986			0.988	0.987	0.915	0.963	0.916			0.978	0.978	0.978
Streckpunkt (Kelling) °C	-15	-16			-16.5	-15	-16.5	-15	-15			-15	-15	-15
Schmelzpunkt (galy. Meth.) °C	245	23			23	23	23	23	23			23	23	23
Kristall														
Frucht-Nachweis														
Ammonium -														
Kohlendioxid														
(Hydrogen -														
Schwefelwasserstoff														
Kohlendioxid C														
Wasserstoff H														
Chloride														
Mischbestand a) + b) 1:1														
d) 1' bis 100														

Handwritten signature or initials.

Arbeitszahlen für Föllener Schmelze.

639.

(Schrumpfung und Raffination St 47/48 nach Schema A.)

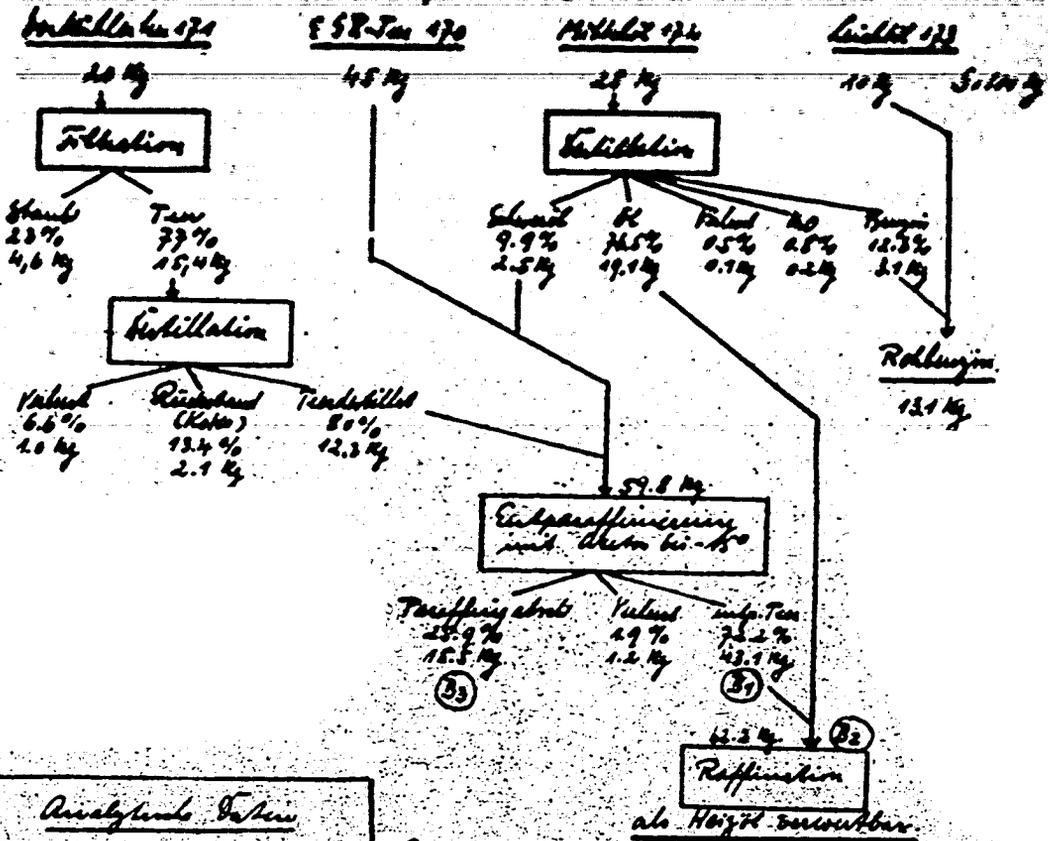
00037E	aus 100 kg Schrumpfung	mit vor- wirts Auf- schmelzung an Pro aus 8)	berechnet auf Schmelz- zusammens. Verhältnis	berechnet auf Schmelz- zusammens. Verhältnis 200°
	aus St 47/48	Pro aus 8)	Verhältnis	Verhältnis
1. Raffinat (Brennstoff) Gew. %	25.8	28.5	30.0	34.8
2. Schmelz (Wirt) ..	32.9	36.3	38.1	44.2
3. Rohbenzin ..	18.1	13.1	13.8	-
4. Paraffin ..	12.4	12.4	13.0	15.1
5. Öl mit Paraffinanteil ..	6.1	-	-	-
6. Wasser ..	0.2	0.2	-	-
7. Staub ..	4.6	4.6	-	-
8. Verluste ..	4.9	4.9	5.1	5.9
	100.0	100.0	100.0	100.0

Analytische Daten von Raffinat (Brennstoff)
mit Schmelz (Heizöl).

		Brennstoff A9	Heizöl A6 + A12 + A14
Arbeitszahlen, liegen auf Luft- & Wasserdampf Verhältnis über 200° siedend	Gew. %	34.8	44.2
Kochte bei 20°C		0.916	1.055
Siedepunkt (Stilling)	°C	-15	
Raffinierpunkt (P.M.)	"		
Siedepunkt (Koch. Brenz)	"		
Siedepunkt (Koch. Brenz)	Vol. %		
- 250°C			
- 300			
- 320			
- 360			
Kennwerte	Gew. %	ca. 1	35
Benzol-Extrakt		0	
Phenol-Extrakt		5	
Paraffincharakter (H. - H.)		1.06	
Stickstoff		3.07	
Wasserdampf		84.80	83.00
Schwefel		10.87	8.34
Chlor			
Mischbarkeit	a) 1:1 mit A12	ca. 25	
	b) 1:1 auf 180°	Klein	
Viscosität	c) bei 20°C	Klein	
		-	2.7/100°C

000377

B. Erarbeitung und Destillation im Vakuum.



Analytische Daten

	B ₂	B ₃
d ₂₀	0,982	
Stockpunkt (hell)	-15	
E.P. (Gels. M.K.) °C		+53
Viskosität	20,5	
Brenz. Untert. %	2,28	

Es kann also eine nur aus die geringen Destilla-
tionsverluste (Vak. 1 kg + Rückst. 2,1 kg) verursachte
Menge der Raffination zugeführt werden. Die Eck-
paraffinierung brachte keine Verluste herbei.
Auf die Durchföhrung der Raffinations-
versuche wurde vorläufig verzichtet, weil also
nur Herzöl gewonnen, was erhalten:

	Herzöl auf abstr. bei Aufschüttung Herzöl - Vakuum 1000 g abstr. mit 100 g Öl	
Herzöl	75,2	82,3
Paraffin (grob)	18,9	12,3
Kohl	2,6	2,6
Vakuum	2,8	2,8
	100,0	100,0

Höllener

Aufarbeitung von Höllener Schwefelwasser ES

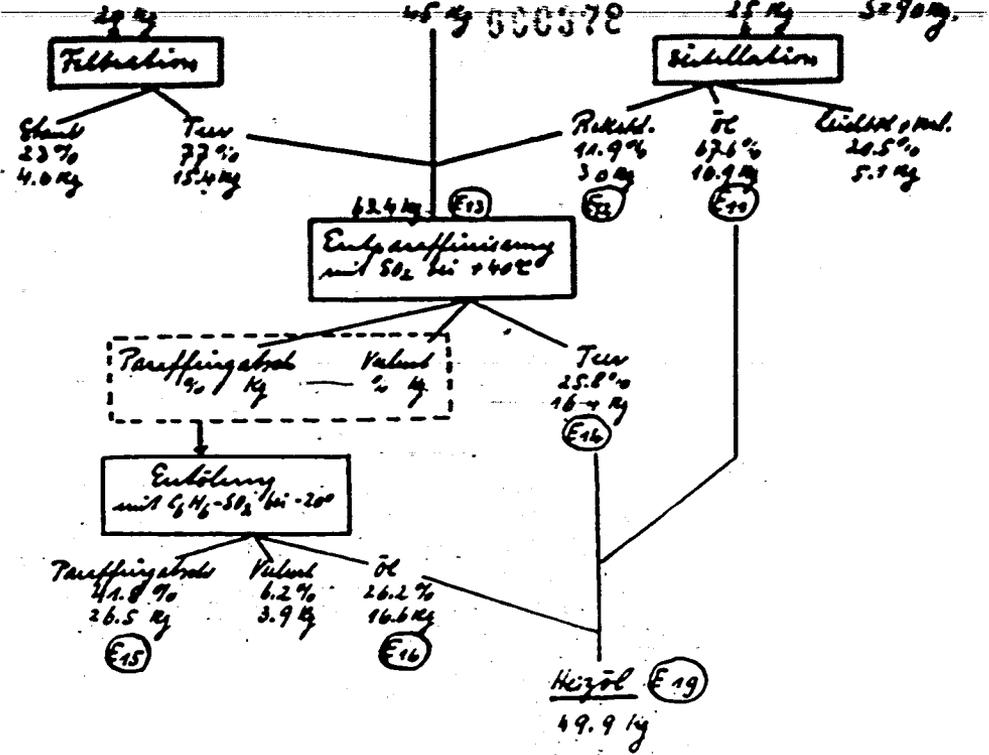
636

ausgeführt von E. Lehmann - Gen. Berlin 10. - 12. 12. 1938.

Vorkühler 171

ESR-Tau 170

Mittelöl 172



Querschnitten:

	VK = 20 ESR = 45 Mik = 25 kg	90 kg	bei auf und abkühlung aus zwei Toren	bei Anpack- lung aus Paraffin
Heizöl	Gen 2	49.9 = 55.4	62.1	80.0
Paraffinabz.)		26.5 = 29.5	33.0	15.1
Leichtöl		5.1 = 5.7	-	-
Staub		4.6 = 5.1	-	-
Verlust		3.9 = 4.3	4.9	4.9
		90.0		

000379

Analytische Daten des Produktes der Marke E₉

637.

	E ₁₁	E ₁₂	E ₁₃	E ₁₄	E ₁₅	E ₁₆	Dijol E ₁₉
Wie oben sind Werte von der Säuremengen, die von der 3FA bestimmt.							
Körpere bei 20°C	0.9274	1.0084	0.927/60	1.0610	0.8512/60	0.958/60	0.9879
Startpunkt	-18	+25	+42	-6	+47	-9	-16
Schmelzpunkt							
Körpere	10		2.34	35.6		20.0	22.8
Körpere							2.42
Dijol-Verhältnis							Sp.
Microwell							6.3
°F bei 200							2.1
570							22.9
CSF							23.1
500							
Pearlgesch (Punkte)		6.3	180		45.9 ¹⁾		
Kohlenstoff (elementar)							197
Wasserstoff (analytisch)							19.6
(am Hauptbestand)							18.5
Schwefel							2.05
H ₂ O							26.00
H ₂							2050

¹⁾ Aus den Pearlgeschwerten der Ausgangsmaterialien ermittelt mit ein Pearlgeschwert von E₁₅ von 49.0 %.

Anarbeitung von Willens Schmelzen E2
 ausgeführt von Erleann S. - Pöschel 10. - 11. 11. 1938.

000380

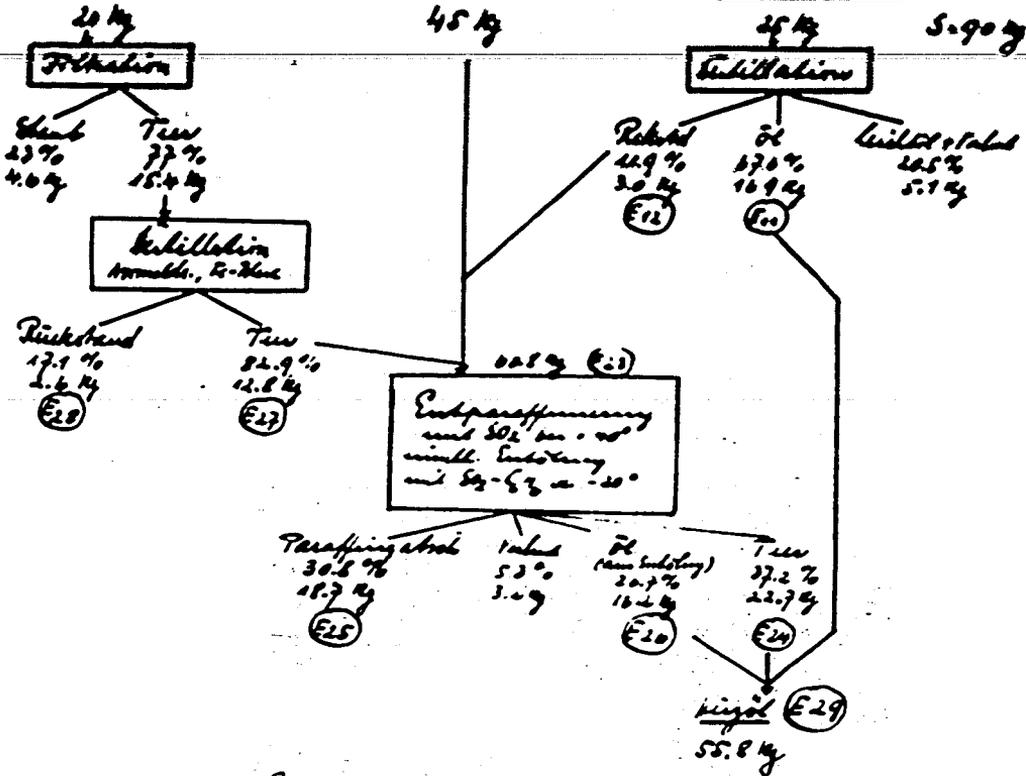
638

Wirkstoffe 171

ESR-Ten 170

Mittelöl 172

5.90 g



Übersichten:

	VK 20 ESR 45 MK 25	90	Berechnet auf Staub- und Lichtöl frei Tene	bei Anparf- tierung des Sub- strates auf Paraffin
Kiesel	55.8 g =	62.0	69.5	78.6
Paraffin (abrieb)	18.7 =	20.8	23.2	14.1
Lichtöl	5.1 =	5.7	-	-
Staub	4.6 =	5.1	-	-
Rückstand aus Schmelze	2.6 =	2.9	3.2	} 7.3
Wulst	3.2 =	3.5	4.1	
	90.0			

Erleann 11. 38.

000381

	E11 und E12	E23	E24	E25	E26	E27	E28	Haupt E29
Die Zahlen sind hier von der Tabelle von 1. bis 10. der DVA abgenommen worden.								
Werte bei 20°C		0,9285	1,0508	0,8210/60	0,9616	0,900/60		0,9073
Strompunkt	A.	+38	-10.		-8	+18		-14
Einschnapppunkt	E1			+49,5				
Kernhöhe	%	4,4	3,6		17,6			20,0
Heberhöhe		2,2						2,75
Boyl.-Kontrollhöhe						1,1		5,7
Wasserhöhe	% bei 20°							2,3
	50°							2,1
	20°							12,1
	50°							13,7
Packungsdicht (Normen)	%	18,8		61,0 ¹⁾		20,4		52,5
Kollernstoff	%							9,6
Wasserstoff	%							10,5
(am Tag mit an)								11,5
Schwefel	%							9,730
H ₂ O	1000/100							9,200
H ₂								
Verpackungsmittelstand	%							
Werte	"						26,9	
	"						128,4)	

1) Von den Packungsdichten der Ausgangsproduktion ermittelt mit der Packungsdicht von E28 für 70 %.

2) Tabelle entspricht nicht dem Eintrag.

Lehm 1/2.18

Am 1.12.1938 von Elektra-Fabrikation eingegangen 640.

Klein Probe Feuchtheit und Heiz.

000382	Feuchtheit		Heiz
	Raffinier F. 100/100 Kleinprobe Kleinprobe	Raffinier F. 100/100 Kleinprobe Kleinprobe	Raffinier F. 100/100 Kleinprobe Kleinprobe
Probe bei 20°C	0.847	0.865	1.030
Feuchte	notwendig		Feuchte
Kaustik	0	0	ca 25
Flammpunkt (i.o.T.)	0	0	141 1)
Stoßpunkt	-6	-5.5	-17
Verkohlrückstand (NWR)	0.67	0.34	
Zugel-Unterschied	-30gmm lötendes	1.73	1.44
		0	0
Normalkurve	0	0	0
Siedekurve	0	0	0
Wärme		304	23.24/50°C
Kohlensstoff	-757/20°C	174/20°C	23.2
		9.18	
Wasserdampf	86.10		
Schwefel	13.03		9.3
Schwefel	0.43		
Feuchtheit (NWR-Motor)	50	0.36	
Korrosion	gegen Cu	(ca. 64)	
		74.5	
Lagerfähigkeit	maximale Fällung	75	
		0.2	
Heizwert	H ₀	0.1	
		H ₁₂	0.0
*) nach Abhebung von 5% Asche im Wasser			9433 3) 8743

1) nach Marder 100°C
 2) " " 15.0°C bei 20°C
 3) " " 9340 Kcal/Kg

Nach Mitteilungen von H. Finke wurde für diese in kleinerem Maßstab durchgeführte Versuche die aufeinandergehende Mischung aus untauglichen Verkohlrückständen, ESR-Jeem und Mithelot-Rückstand nach dem Schema der Tafel 641 verarbeitet. Es zeigte sich, dass die Verkohlrückstände in dem Versuchsmischchen des Raffinats noch Dunkel war, wurde es mit 1% Tonmilch gebleicht. Es schen zu hohe Stoßpunkt (-6°C) kann durch geringe Änderung der Entparaffinierung behoben werden. Raffinat ist insofern noch nicht ganz hygienisch, als die Öl aus der Gabe aufbereitung fehlt.

Über Anzahlenzahlen Kenntnisse, noch keine Angaben gemacht werden.

Heim 1/2-35

000383

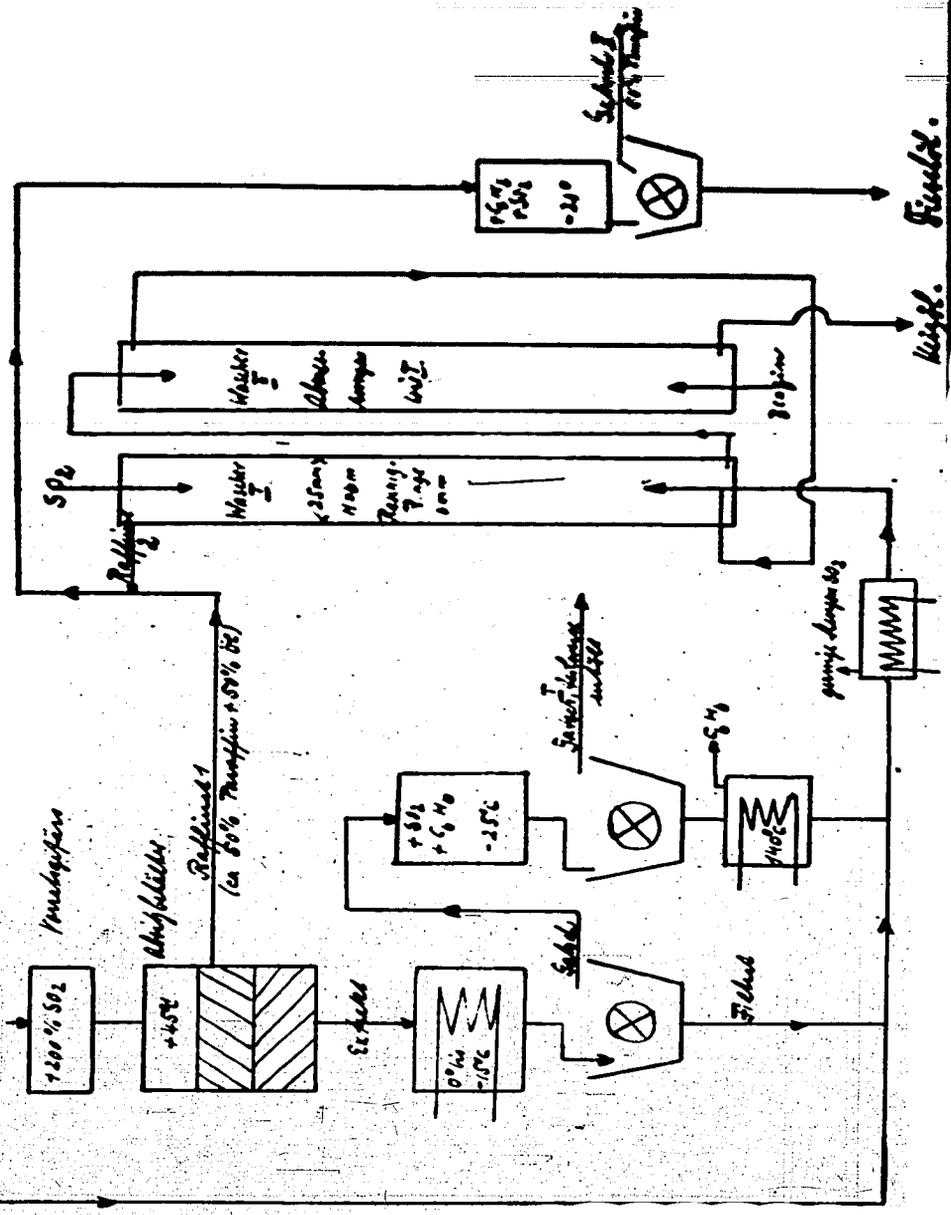
Spektroskop (unvollst.)
57R-Fein
Mittel-Röhrenland

Schicht
Substrat
201°

Reinherstellungs-Schema

nach Angaben des Erlaubs-Ges. vom 6.12.1938.

601.



Reinherstg. Flücht.

000385

Pöhlener Leichtöl L.N. 173.

642

Kreuz für Entschwefelung.

	Rohleischöl			Rohleischöl (nach Umstellung von Prof. v. Meyer von Dr. F. v. Meyer)		
	original	über FRM destilliert bei 220°	bei 350°	original	über FRM destilliert bei 220°	bei 350°
Dichte bei 20°C	0.827	0.806	0.829	0.823	0.829	0.827
Klorzahl Vol %	7.5	6.7	6.7	0	0	0
Schwefel						
Summe: original	240-450	-	-	375	-	-
{ 2.-200°C	-	-	-	0.8	-	-
{ original	680	59	21	31.0	-	-
{ 2.-200°C	-	-	-	-	1.0	2.0
S. Anal. S. 219 °C	57	96	28	70	100	92
- 70°C Vol %	2.5	-	-	-	-	-
- 100 " "	20.5	1	3	8	-	-
- 150 " "	75.5	61.5	71	61	48.5	56
- 190 " "	97.5	96.5	95.5	95	84	86
- 200 " "	-	97.98	96.5198	95	88	90
- 220 " "	-	-	-	94.5	93	94
S. K. 2.	129	140.5	138.2	144	158.5	157.3
Schwefel. original %	3.5 ¹⁾	3.55	3.52	2.95 ¹⁾	2.55	2.19
FRM-200°C "	-	-	-	-	2.64	2.15

1) Angabe Fr. Karden

Die vorliegenden Rohleischungsversuche haben zwar ein hochgradiges Benzin ergeben, aber der Schwefelgehalt liegt noch zu hoch. Da hier durchgeführte Kreuz mit FR-Messung hatten ein sehr schlechtes Ergebnis.

Klein 1/2 38

Rudolf W. Schlegel
Chemiker

Betrieblator II
V/Gr.

644.

, den 1. Dez. 1936.

00038E

Herrn Dr. L o e w e n n e r

Beiliegend übersende ich Ihnen die Analyse der beiden Proben des Leichtsöls aus Böhlemer Schmelteer. Da das Original-Rostinat ein Fiesende von über 200° hatte, wurde es bis 200° abdestilliert und nur die Fraktion bis 200° für die vorliegenden Untersuchungen verwandt. Die Bombentest- und Oktan-zahlen wurden nur in Mischung mit A.K.-Benzin untersucht, da die Originalproben nicht gross genug waren, um diese Untersuchungen durchführen zu können. Bei 70° und bei 100° ist das Rostinat schon im Original stabil geblieben, während das Rohleichtöl bei 100° kaum einen Einfluss des Gasolzusatzes zeigt.

Die Zusammensetzung des olefinisch - aromatischen Anteils dürfte auf Grund von Jodzahl, Dimethylsulfatzahl usw. ungefähr folgende sein:

- 40 - 45 % Olefine.
- 30 - 35 % Aromaten.

Viller

Betr.: Rohleuchtöl aus Böhlemer Schwelteer, L W 173
von 28.11.38.

Siedebeginn: 56°
- 60° 1,5 %
- 80° 6,5 %
-100 21,5 %
-120 42,5 %
-140 65,0 %
-160 85,0 %
-180 94,0 %
Siedende: 183°/ 95,5 %
Nachlauf: 0,5 %
Rückstand: 3,0 %
Verlust: 1,0 %
I. Z. 126
Farbe: dunkel braun
Spez. Gew.: 0,832/15°
Dimethylsulfatzahl: 29,0
Clefine: 84,5
Anilinpkt: -13°C
Jodzahl: 223
Abblasetest: 450,4 mg
Ausflockungspkt: -23°C
Oktanzahl: 87,4 (gemessen in Mischung mit A.K.-Benzin
1:1 Orig. 61,5
Mischung 74,4
Peroxyde: Spuren
S-Gehalt 1,6 %
Bombenteste:
bei 70° Mischung mit A.K. Benzin 1:1 Orig. Ind. Zeit 240
Bombentest: 369 mg
bei 100° Mischung 1:1 mit A.K. Benzin Orig.
Ind. Zeit: 70 Min.
Bombentest: 765,0 mg
bei 100° Mischung 1:1 mit A.K. Benzin Orig. + 0,02 g Kresol/
100 ccm.
Ind. Zeit: 85 Min.
Bombentest 617 mg/100 ccm.

000088

Konstat aus Böhlemer Schmelztopf L.V. 173
vom 28.11.36. Fraktion 0 - 200°.

Siedebeginn:	67°
80°	1,5 %
100	10,0 %
120	30,5 %
140	53,5 %
160	73,5 %
180	88,0 %
200	96,0 %
Siedeende:	207°/ 97,5 %
Nachlauf:	0,5 %
Rückstand	1,5 %
Verlust:	0,5 %
K.Z.	139,6
Farbe:	hell, dunkelt nach
Spez. Gew.	0, 819/15°
Dimethylsulfatzahl:	46,0
Olefine:	75,5 %
Anilinpkt.:	- 2°
Jodzahl:	92,6
Abblasetest:	4,8 mg/100 ccm
Ausflockungspkt:	25°
Oktanzzahl:	1,0 (gemessen in Mischung mit A.K. Benzin 1 : 1 ; Orig. A.K. Benzin 61,5 Mischung 71,2
Peroxyde:	Spuren
S-Gehalt	1,1 %
Bombentest bei 70°:	Mischung mit A.K. Benzin 1:1 Orig. Ind. Zeit: 240 Min. Bombentest: 3,0 mg/100 ccm
Bombentest bei 100°:	Mischung mit A.K. Benzin 1:1 Orig. Ind. Zeit: 240 Min. Bombentest: 4,0 mg /100 ccm
	Mischung mit A.K. Benzin 1:1 orig. + 0,02 g Kresol/100 ccm Ind. Zeit: 240 Min. Bombentest: 4,0 mg/100 ccm

100500

Herrn Fir. H a g e m a n n .

**Über die Untersuchung und Bearbeitung von Druckvergasungsteer
und Teersin aus Falkenauer Kohle.**

A) Teer.

Der Druckvergasungsteer enthält ca. 10 % Wasser, 8,7 %
Benzin-Unlösliches, 1,4 % Benzol-Unlösliches neben ca. 6 % Pa-
raffin und erheblichen Mengen an Kresoten.

Die Aufarbeitung auf Dieselöl wurde vereinbarungsgemäß
auf zwei Wegen durchgeführt:

- 1.) Mischen des entwässerten Teeres mit einer RCH-Dieselölfrak-
tion 200 bis 250°, Destillieren des Gemisches bis 320 bzw.
330°C, Entparaffinieren bei -20°C, weiterer Zusatz einer der
ersten RCH-Dieselölfraktion entsprechenden Menge einer bei
250 bis 320°C siedenden RCH-Dieselölfraktion und Laugen des
Mischdieseltreibstoffes (siehe Anlage 1 und 2).

Wie aus den Versuchsberichten und den Analysetabellen
(Anlage 4) hervorgeht, gelingt es, mit ca. 30 % Ausbeute,
bezogen auf wasserfreien Teer, unter Zusatz von ca. 50 %
RCH-Dieseltreibstoff ein Dieselöl herzustellen, das in den
analytischen Befunden brauchbar erscheint, jedoch bei län-
gerem Lagern Bodensätze ergibt.

Versucht man, die Ausbeute durch Erhöhung der Siedegrenze
zu steigern (Anlage A 1/II) und den RCH-Dieseltreibstoffzu-
satz von 50 auf 20 % herabzusetzen, so erhält man zwar mit
47 % Ausbeute ein Mischdieselöl, dessen H - E.-Test jedoch
stark erhöht ist. Erst beim Schneiden dieses Oles auf eine
Siedegrenze von 320°C gehen diese Werte in die erträglichen
Grenzen zurück. Hiermit sinkt aber auch die Ausbeute wieder
von 47 % auf ca. 38 %.

2.) Destillieren des entwässerten Teeres bis auf Koks, mischen
des Destillates mit RCF-Dieselölfraktion 200 bis 250°C
(20 %), destillieren bis 320°C, entparaffinieren, mischen
mit RCF-Dieselölfraktion 250 - 320°C und laugen.

Bei diesem Aufarbeitungsgang wurden erhalten an Produkten:

29 % als Dieselöl,

31 % als Heizöl.

Ergebnis:

Es können aus dem Hirschfelder Teer erhalten werden:

31 % als Dieselöl nach Verfahren A 1/I
mit 50 % RCF-Dieselöl

57 % als Heizöl

47 % als Dieselöl nach Verfahren A 1/II
mit 20 % RCF-Dieselöl

31 % als Heizöl

29 % als Dieselöl nach Verfahren A 2.

31 % als Heizöl

Die Qualität des Dieselöles nimmt mit steigender Ausbeute
ab.

B) Benzin.

Die Druckvergasungsbenzine sind sehr aromatenreich und
könnten zur Oktanzahlverbesserung herangezogen werden. Wegen
des hohen Schwefelgehaltes sind jedoch die Ergebnisse der Klopf-
prüfung zunächst noch mit Vorsicht zu bewerten.

Ddr.: Ma.

Einsatz:

A 1 (I)

000391

1365g Teer unterzuckert

+ 273g RCH - Kesselrückhalm 200-300°für 1638g münden Destillat bei 320°C

zurückbringen: 845g Destillat bis 320°C ~ ca 42% ^{aus Teer} liegen
 781g Kessöl oberhalb 320°C ~ ca 57% "

840g Destillat münden unterzuckert bei -20°C
 Erhalten 320g unterzuckertes Öl und
 7,0g ~ 0,8% Paraffin.

für 781g unterzuckertes Öl mit dem zugesetzt:

250g RCH - Kesselrückhalm 200-320°C

1031g Kessöl münden geläufig. Es münden

120g Kreosote ~ 11,6% herausgelöst, sodass

911g unterzuckertes und unterzuckertes Mischdestillat

35g sind für die zur Analyse abgemessene Menge
 hinzuzuschlagen946g Mischdestillat werden erhalten aus
 1365g Teer und 522g RCH - Kesselrückhalm522g zieht man den letzten ab, so verbleiben424g aus dem Teer ~ einer Destillat
 von 31%

A 1 (2)

000392

Anlage 2

Zum Zweck der Löslichkeitsprüfung und Bestimmung des
Verbrauches von RCH-Äthylalkohol wurde ~~abgemessen~~ folgender
Versuch durchgeführt:

1750 g entwässertes Teer wurden mit
175 g ~ 10% RCH-Äthylalkohol 200-250° gewischt

1925 g bis 330°C destilliert

Residue: 1310 g ~ ca 68% bis 330°

590 g ~ ca 31% über 330° (Heizöl)

1310 g destillat bis 330° wurden
entparaffiniert. Erhalten:

10 g Paraffin ~ ca 0,8%

1235 g destillat bis 330°

Von den ^{entp.} 1235 g destillat wurden

883 g weiterverarbeitet. Es wurden zugesetzt

5,8 g Äthylalkohol 150-320°C

941 g Mischdieselöl wurden gelöst.

184 g Kerosin wurden hinzugegeben

757 g Mischdieselöl wurden erhalten.

Falls das gesamte Destillat eingesetzt worden wäre wären
erhalten worden:

183 (0235)

5,8 (81)

941 (7376)

184 (2281)

757 (1088)

In 1088 g Mischdieselöl sind enthalten: $175 + 81 = 256$ g
als RCH-Äthylalkohol. Aus dem Teer stammen: 832 g

~ ca 47%

A 2 (Eisenblech)

000393

Einsatz: je 1000g wasserhaltigen Teer.

Destillat: 101g - 10,1% H_2O
 33g - 3,3% Öl bis 200°C
 679g - 67,9% Öl bis Siedepunkt (378°)
 150g - 15,0% Koks
 37g = 3,7% Gas und 'andere'

1200g Öl bis Siedepunkt entsprechend 1770g Teer verarbeitet
240g RCH-Dieselölfraktion 200-250°C
 1440g destilliert bis 320°C.

Erhalten: 889g Destillat bis 320°C ~ 61,7% bezogen auf
 den Gesamtöl-Einsatz
 ~ 40,7% bezogen auf
 wasserfreiem Teer.

549g Heizöl über 320°C ~ 45% bez. auf Öl bis Siedepunkt
 ~ 3,1% bez. auf Teer verarbeitet

889g Destillat bis 320°C wurden entparaffiniert
 7g ~ 0,8% Paraffin wurden abgeschieden
 847g entparaffiniertes Öl wurden erhalten ~ 95,4%
 35g ~ 3,9% wasser Verlust.

847g entparaffiniertes Öl wurden mit
228g RCH-Dieselölfraktion 250-320° gemischt und gelagert
 1075g
154g Kerosin wurden ~ 14,3 Vol.% wasserfrei gemacht
 921g entparaffiniertes und kerosinfreies Dieselöl wurden erhalten
458g entkennzeichnen dem RCH-Dieselölzusatz
463g wurden aus dem Teer gewonnen (1590g wasserfrei)
 entsprechend einer Abbeute von 29% bezogen auf wasserfreiem
 Teer.

	Kohlenoxyd		A(1)	A(2)	Jahre Mittel 1898-1907	A(1)	Mittel Per cent. I
	Luftgrad	W. Luft	Mittel Per cent. I	Mittel Per cent. I		Mittel Per cent. I	
T 20	0,992	0,950	0,824	0,750	8	0,883	
Staupunkt	+ 32°		- 15°C	- 17,5°C		- 22°C	89.5 KPa
Rührpunkt	-	-	- 5°C 24mm	- 5°C 24mm		- 4°C 27mm	von A(1)
Schmelzpunkt (P.N)	-	-	+ 77,5°C	+ 78,5°C		+ 81°C	- 5° 52'
Viskosität E 20	-	-	1,250	1,255		1,35	
Korrosion bei %	-	22,6	0	0		0	
Kohlenstoff bei % (bei 20)	8,7	0,6	0	0		Spüren	
Benzol-Kohlensäure bei %	1,4	0	0	0		0	
H-H. Benzol-Kohlensäure bei %	-	17,8	0,60	0,56		2,54%	0,88%
H-H. Benzol-Kohlensäure bei %	-	7,8	0,18	0,14		0,58%	0,49%
Elementar-Analyse:							
% C	-	-	85,15	84,35		85,60	
% H	-	-	13,48	13,03		11,74	
% S	-	-	1,23	1,20			
Korrosion: (bei 20)	-	-	0	0		0,5	
Cetanzahl:	-	-	57,0	62,0	87		
Paraffin:	6,3	5,8	0	0			
Luftanalyse: Siedepunkt	158°	194°	204°	207°	206°	207°	
150	-	-	-	-	-	-	
60	-	-	-	-	-	-	
70	-	-	-	-	-	-	
80	0,5	-	-	-	-	-	
90	2,0	-	-	-	-	-	
100	3,0	5,0	7,0	-	0,5	2,0	
20	4,0	8,0	5,5	6,0	7,0	7,0	
30	6,0	13,0	15,0	17,0	18,0	13,0	
40	13,0	18,0	26,5	29,5	30,0	23,0	
50	16,0	25,0	38,5	40,5	42,0	37,0	
60	19,0	28,0	50,5	57,5	54,0	40,5	
70	22,0	33,0	62,0	69,0	66,0	49,0	
80	24,0	37,0	72,5	75,5	77,0	57,5	
90	26,0	41,0	81,5	83,5	86,5	65,0	
100	29,0	46,0	88,5	89,5	92,5	77,5	
10	33,0	50,0	93,0	93,5	96,5	77,5	
20	36,0	55,0	95,5	95,5	97,5 (313)	82,0	
30	39,0	60,0	97,0	97,0		85,0	
40	42,0	65,0				88,0	
50	45,0	70,0				91,0	
60	48,0	75,0				94,0	

	Rollen nach		Resultat	Resultat	Einheiten	Resultat	Resultat
	Original	von ...	21.2	21.2	von ...	21.2	21.2 und ...
5 Vol%	-	-	219°	218°	218°	217°	
95 Vol%	-	-	318°	318°	306°	370°	
S. R. Z.	-	-	262	260,6	252,3	278,2	

B. Benzin Heroldfeld.

	Benzin Ref. No. 2001126	Benzin Ref. No. 2001127	Benzin I Schmelz bis 170	Benzin II Schmelz bis 170
Lichtanalyse: Lichtbogen	54°	54°		
60	1.042	1.042%		
70	4.5	3.5		
80	10.0	9.0		
90	21.5	20.5		
100	34.5	31.5		
10	43.5	49.0		
20	52.5	58.0		
30	60.0	58.0		
40	65.0	61.5		
50	70.5	65.5		
60	75.0	70.0		
70	79.5	73.5		
80	83.5	77.0		
90	86.5	81.5		
207	90.0	85.5		
10	93.5	90.5		
20	96.0	92.5		
30		97.5		
41		95.0		
f. k. z.	129.1	135.7		
Re	0.825	0.847		
Alfine + Isomeren	77.5%	76.0%		
Anschlagspunkt	< -15°	< -15°		
Stichpunkt	< -20°	< -20°		
Flammpunkt (P. R.)	< +25°	< +25°		
N. Z.	0	0		
V. Z.	0.8	0.9		
Elementaranalyse: C	84.65	84.30	84.95	84.68
H	11.06	10.10	10.76	10.45
O	2.89	3.04	2.60	3.04
S	1.40	1.37	1.79	1.88

nord Benzin Kieselgel:

	Fap. Nr.	Fap. Nr.
n_D^{20}	2007356 1,4615	2001327 1,4705
Ohlengahl bei Mischung 1:1 mit h.K. Benzol (Kieselgel Benzol bis 170° geschüttelt)	71.8	73.2
Trübweite beim Schneiden bis 170°C	ca 80%	ca 74%

Kiesöl:

Elementaranalyse:

C	: 85,20%
H	: 8,96%
Rest	: 5,75%
Aschhalt	: 0,09%

H. Thieser

Oberhausen-Helten, den 20. Juni 1939
RB Abt. BVA Loh/Hgd.-

956597

B e r i c h t

über Untersuchung eines Rohteeres aus Babiag-Gleichstromanlage in Ruhland.

Einsender: Braunkohlen- und Brikett-Industrie A.-G., Babiag
in Berlin mit Schreiben vom 15. und 24. Mai 1939.

Probe: 1 Fass I/12, Inhalt ca. 200 kg., eingeg. 27.5.1939.

Die Untersuchung wurde nur insoweit vorgenommen, als sie für eine orientierende Begutachtung erforderlich erschien. Die festgestellten Daten sind in beigefugter Zahlentafel Nr. 687 zusammengestellt.

Der Rohteer sowie die durch Destillation gewonnene Fraktion 200° bis Siedende sind unverändert als Mischkomponenten zur Herstellung von Dieselkraftstoff nicht geeignet. Selbst nach Entfernung der Kreosote und des Paraffins aus dem Destillat kommt dieses ohne raffinierende Nachbehandlung nicht zur Herstellung von Mischdieselkraftstoffen in Frage; denn der Asphaltwert aus dem HWA-Test und die Mischbarkeitswerte genügen nicht den heutigen Anforderungen. Auch liegt die Filtrierfähigkeit etwas über der zulässigen Grenze, jedoch dürfte dieser Wert durch eine anders geleitete Entparaffinierung richtig gestellt werden, sofern er nicht durch die ohnehin erforderliche Refination korrigiert wird.

Es soll noch darauf hingewiesen werden, dass auf jeden Fall die Ausbeute an Dieselkraftstoff verhältnismässig gering werden wird. Die Ausbeute an dem Destillat der Spalte 3 beträgt rund 47,5 Gew.% des Rohteeres; durch die erforderliche Refination wird diese Ausbeute noch um einige Prozente gesenkt werden.

Ddr.: Hg,
W.

Ree

Loh

Rohteer aus Bublag-Gleichstromanlage
in Pöhländ.

Eisensender: Braunbatter- und Brillat- Industrie A.-G., Bublag, Berlin

Bezeichnung der Probe: 1 Fass I/12, Inhalt ca. 200 kg, abgeg. 27.5.39.

	1. Rohteer <small>Zahlen beziehen sich auf unumfräses Teer</small>	2. Destillat <small>aus Benzoldestillat Fr. 200°-Ende</small>	3. Destillat der Spalte 2, Fraktion 200°-Ende, entparaffiniert mit und entparaffiniert.
Gew. % des Rohteeres		78,3	ca. 47,5
Wasser %	(9,7)	-	-
Dichte	0,997/50°	0,959/50°	0,968/30°
Kressote Vol. %	-	32	0
Benzol-Unlösliches Gew. %	1,03	0	0
Normalbenzin-Vertikierbarkeit { Koks	6,5	0,35	0,28
(HNA) { Asphalt	-	1,65	0,1
Siedepunkt °C	-	23	7,3
Paraffin mit E.P. °C	+ 32,5	+ 27	- 22,5
Siedeanalyse: S. Beglän °C	6,2	74	0
- 200 °C Vol. %	47	190	221
50 "	195	1	-
300 "	26	33	16
20 "	45,5	58,5	50
50 "	55	67	63
60 "	64	78	75
	66	81	78
Filterierfähigkeit (DVM-Vornorm)			{ bei -10°: 23 %/100
Korrosion (" ")			-15° " "
Viscosität bei 20°C			0,3 mg
C %			1,855° E
H "			86,02
O "			9,42
Mischbarkeit			4,56
1:1 sofort			Klar
24h			Bodensatz
1h 100°			"
1:40 sofort			Klar
24h			Bodensatz
Cetanzahl			22,5
Destillation aus Eisenblase bei Normaldruck (Einsatz 1,5h)			
Ausbeuten: Fraktion - 200° Gew. %	3,9		
" " 200°-Ende "	74,3		
Rückstand (Koks) "	13,4		
Sas u. Verlust "	4,4		
	100,0		

000390

B e r i c h t

Über Untersuchung von Spülgas-Schmelteer aus Falkenauer Kohle.

Eingender: Vorbereiteter Ausschuss für die Gründung eines Synthesewerkes in Hamburg mit Schreiben vom 22. 6. 1939.

Bezeichnung der Probe: 1 Fass Nr. L.W. 295 mit ca. 100 Liter Inhalt, eingegangen am 29. 6. 39 durch Lurgi Wäme in Frankfurt/K. (deren Schreiben vom 22.6. und 10.7.1939).

Der Rohteer wurde im Laboratorium einer Normdruck-Destillation aus einer Eisenblase unterworfen. Das Destillat 200° bis Siedende wurde mit Aceton entparaffiniert und dann mit Lauge entphenolt. Die Ausbeutezahlen und analytischen Daten des Rohteeres und des aufgearbeiteten Destillates sind in anhängender Zahlentafel Nr. 691 zusammengestellt.

Das entparaffinierte und kreosotfreie Destillat der Spalte 4 wurde mit einer Ausbeute von ca. 56 Gew. % des Rohteeres erhalten. Die Entphenolung und anschliessende Wasserwäsche bereitete insofern Schwierigkeiten, als wegen der nahe bei 1 liegenden Dichte des Öles und wegen Emulsionsbildung die Trennung der wässrigen und öligen Schichten sehr lange Zeiten brauchte. Dieses Destillat ist jedoch noch nicht ohne weiteres als Mischkomponente für Dieselkraftstoff brauchbar, da

- 1.) der Verkokungstest nach HWA-Methode unbefriedigend ist,
- 2.) die Filtrierfähigkeit (DVA-Vornorm) trotz tiefem Stockpunkt ungenügend ist,
- 3.) die Mischbarkeit nach DVM-Vornorm nicht gegeben ist.

Es wurde deshalb aus diesem Destillat der Spalte 4 die Fraktion 200 - 360° herausgeschnitten, um die hochsiedenden (asphaltreicheren und viscoseren) Anteile zu entfernen. Die Ausbeute an 51 (Spalte 5) wurde dadurch allerdings auf ca. 34 Gew. % des Rohteeres erniedrigt. Aber auch diese Fraktion war in Bezug auf Mischbarkeit noch nicht befriedigend, während der Asphaltgehalt des HWA-Verkokungstestes den Anforderungen genügte.

Weiterhin wurde versucht, durch Anwendung der Patente der

Teerverwertung leiderlich eine bessere Raffination zu erreichen. Für die nach diesem Patente anzuwendende gemeinsame Destillation der beiden zu mischenden Öle erlies sich die Verwendung von KCH-Dieseltreibstoff 200 - 320° als nicht möglich, da das KCH-Öl bei der Entparaffinierungstemperatur von -15 °C bereits zu auszukristallisieren beginnt und infolgedessen vom Paraffin nicht getrennt werden kann. Zudem zeigte Aceton als Entparaffinierungsmittel Entmischungerscheinungen. Wir haben demnach als Destillationszusatz eine Fraktion 200 - 250° des KCH-Öles gewählt und als Entparaffinierungsmittel Ectanon. Auf diese Weise gelang eine störungsfreie Destillation, Entparaffinierung und Entphenolung; die hierbei erzielte Ausbeute an Teeröl betrug ca. 35 %, lag also genau so hoch wie bei Verarbeitung des Teeres allein. Es soll noch bemerkt werden, dass beim Stehenlassen nach der Destillation das Destillat innerhalb 24 Stdn. eine dicke ölige Schicht von ca. 4 % abscheidet, die wohl in der Hauptsache aus Harzen besteht. Diese Harze wurden vor der Weiterverarbeitung abgetrennt.

Dieses Destillat (Spalte 6) genügt in allen Punkten den gestellten Anforderungen, lediglich die Mischbarkeit liegt hart an der zulässigen Grenze.

Schwelzer aus Falkenauer Kohle.

Einsender: Vorbereitender Ausschuß für die Gründung eines Synthesewerkes in Hamburg mit Schreiben vom 22. 6. 39

Bezeichnung der Probe: 1 Fass Nr. L.W. 295 mit ca. 100 Liter Inhalt, eingegangen am 24. 6. 39 durch Lurgi-Wärme in Frankfurt a.M.

	1. Rohöl Zahl nach ist auf warmen Probe Test	2. Destilat aus Blase - destillieren Fraktion 200° - Ende	3. Destilat der Spalte 2, Fraktion 200° - Ende, expansiviert	4. Destilat wie 3. expansiviert und colophoniert	5. Fraktion -360° aus 4)	6. Mischung von 493 g Rohöl + 200 g RCH-61 30-320° destilliert - 360° Der Destilat entfang. früher nichtmessbar
Sen. % am Rohöl	-	84,8	74,8	ca. 56	ca. 34	ca. 35 *)
Wasser %	(1,5)	0	0	0	0	0
Dichte	0,994 / 20°C	0,966 / 20°C	1,008 / 20°C	0,973 / 20°C	0,935 / 20°C	0,833
Kreosote Vol. %	-	24,3	26,1	0	0	0
Benzol - Unlösliches %	0,6	0	0	0	0	0
Normalbenzin %	6,3	1,6	3,0	ca. 4,08	-	0
Verkohbarkeit { Benzol-Unlöslich %	-	2,4	-	0,14	0,06 %	ca. 0,35
H.B.M. { Benzin %	-	ca. 32	-	ca. 8	ca. 2,5 %	- 1,5
Stockpunkt °C	+32	+28,5	< -20	< -20	< -20	< -20
Paraffin %	6,6	7,1	0	0	0	0
mit E.P. °C	+50	+48	-	-	-	-
Korrosion (D.V.M.-Norm) Abnahme mg	-	-	-	0	-	-
Viscosität bei 20°C CST	-	-	-	35,9	-	-
Flammpunkt (P.M.) °C	-	-	-	108°	-	-
Cetanzahl	-	-	-	23	-	ca. 55
Siedeanalyse Siede-Beginn °C	189	180	206	226	-	194
(Engler) Vol. %	2	2	-	-	-	2
250°	12	17	17,5	8	-	61
300°	30,5	40,5	44	36	-	80
320°	36	42,5	51,5	46	-	85
350°	46,5	61	64,5	59	-	89
360°	53	65	67	62	-	91
C %	-	-	-	86,05	-	84,72
H %	-	-	-	10,06	-	13,19
O (Rest) %	-	-	-	3,89	-	2,09
Filterfähigkeit (D.V.M.-Norm)	-	-	-	- 5°C / 124"	-	- 15°C / 29"
Mischbarkeit (D.V.M.-Norm) (mit RCH-Dieseltreibstoff)	-	-	-	- 10°C / 200"	-	- 20°C / ∞"
I 1:1	a) sofort	-	-	Klar	Klar	Klar
	nach 24 h	-	-	Bodensatz	"	"
	48 h	-	-	-	schwach trübe	"
	b) 1 h 180°	-	-	schwacher Bodensatz	Klar	Klar
	sofort	-	-	-	schwach trübe	sehr schwach trübe
	nach 24 h	-	-	-	"	"
	48 h	-	-	-	"	"
II 1:40	a) sofort	-	-	Klar	Klar	Klar
	nach 24 h	-	-	schwach Bodensatz	schwach trübe	"
	48 h	-	-	-	"	"
	b) 1 h 180°	-	-	-	Klar	Klar
	sofort	-	-	-	schwach trübe	sehr schwach trübe
	nach 24 h	-	-	-	"	"
	48 h	-	-	-	"	"
Destillation aus Eisenblase (Einsatz 1 kg)	-	-	-	-	-	-
Ausbeuten: Fraktion -200° Gew. %	1,8	-	-	-	-	-
200° - Ende	84,8	-	-	-	-	-
Rückstand (Koks) %	7,9	-	-	-	-	-
Sas + Verlust %	5,5	-	-	-	-	-
Ges.	100,0	-	-	-	-	-

*) Anmerkung: Anprobe bezieht sich auf die Teile des Falkenauer Testes.

M. 691