

Pülitz, den 20. Juli 1941 Id.
RH/EK.

Herrn Dir. Dr. Wissel!

Monatsbericht
Kammer 3 - Juni 1941

Bag Target
1 -30/4.13

=====

1. - 6.6.

In der Periode vom 1. bis 6.6. lief die Kammer mit 40.000 m³ Gas und 22 mV ohne Einspritzung (Grund: Produktmangel).

7. - 19.6.

In der Zeit vom 7. bis 19.6. wurde die Kammer durchschnittlich mit 20 m³ Einspritzung belastet und folgende Zusammensetzung gefahren:

R 401-6/R 213 sm + Rkf. 1 : 2.

Die Temperaturen betragen während der ganzen Fahrperiode in den Öfen I bis III 26,7 - 26,8 - 26,9.

Es wurde lediglich der Raffinationsofen wegen verschlechterter Jodzahl erhöht (insgesamt von 14,2 auf 14,6 mV).

Beim Stromausfall (U-Netz) am 12.6. mußte wegen Aussetzens der Frischwasserstoffzuleitung vorübergehend auf 15 m³ Einspritzung zurückgefahren werden.

Es wurden folgende Ergebnisse während der Fahrperiode erzielt:

Aromaten = 53 - 54 Vol.%

Oktanzahl I = 79/80

durchschnittliche Benzingleistung ca.: 0,20-0,22 kg/l/h.

20. - 30.6.

Bis zum Ende des Monats wurde mit Rücksicht auf die ungenügende Benzinbildung von nur 22% im Abstreifer bis 165° der Frischproduktanteil in der Einspritzung erhöht, d. h. statt 1 : 2 wurde 4 : 6 gefahren.

Eine wesentliche Besserung wurde jedoch nicht erzielt.

Der Anilinpunkt des Rückführungsmittelöls hielt sich infolge Vorhandenseins schwerer spaltbarer Aromaten nach wie vor

-2-

Bag Target

bei durchschnittlich -18 bis -20° . 1 1943 7/4 2
Der Aromatengehalt des Benzins betrug 52 bis 54%.
Bei einer Benzinbildung von durchschnittlich $0,21$ kg/l/h
schwankte die Oktanzahl I zwischen 79 und 80,7.
Die Oktanzahl II erreichte stets einen Wert von 90.

Andere Versuche zur Erhöhung der Benzin-Ausbeute wurden
während diesen Monats nicht durchgeführt.
Die Gasmenge wurde bei 30.000 m³ gehalten.

gez. Ehrke

Prof. Schmitt

Verteiler:

Dir. Duden
Dr. Schmitt
Dipl.-Ing. Damm
Dr. Herrmann
Dr. Ehrke
Dr. Diopenbruck
Dr. Gromann
Dr. Huthwelker

01000

WERKE PÖLITZ
 GESSELLSCHAFT

Pölitz, den 2. Juli 1941 Lt.
 RH/Ex.

K a m m e r 3 - Juni 1941

Bag Target

Betriebsdaten	Durchsatz Kreislaufgas max. Temperatur	13,2 - 19,0 m ³ /h Ø 18,4 m ³ /h 30.000 m ³ /h 26 ^o mV
Einspritzung	Anilinpunkt Siedeendpunkt	-10,6 - -26,4 ^o Ø 20,0 ^o 320 ^o - 345 ^o Ø 338 ^o
Abstreifer	Benzinkonzentration	18,6 - 26,2% Ø 22,2%
Analyse	Benzin spez. Gew. = 0,806	Aromatengehalt Jodzahl Oktanzahl I Oktanzahl II
		50,0 - 56,5 Ø 53,0 %Vd. 2,5 - 5,0 Ø 4,1 77,6 - 80,7 Ø 79,3 89,8 - 90,7 Ø 90,3
	Mittelöl	Anilinpunkt
		-6,0 - -20,2 Ø 15,5
Betriebsbilanzergebnisse	Gesamtdurchsatz Benzin Mittelöl Mengenverlust C-Vergasung Benzinleistung	1.096,8 to 2.205,7 " 6.903,3 " 1.387,8 " 18,6% 0,16

01001

Pölitze, den 14. August 1941 Li.
BH/Ex.

Herrn Dir. Dr. Wissell

Monatsbericht
Kammer 3 - Juli 1941

Bag Target
1 -30/4.13

1. - 3.7.

Die Kammer lief mit

R 401-6/R 215 sm + Rkf. 4 : 6
bei einer Temperatur von 26⁷, 26⁸ und 26⁹ mV in den
Öfen I, II und III und 14⁸ mV im Raffinationsofen.
Die Einspritzung betrug 20 m³ bei 30.000 Gas.

4. - 17.7.

Die Benzinbildung bis 165° im Abstreifer war mit 22% un-
friedigend.

Um die Ausgangsbedingungen der vorigen Monate für neue
Versuche zu schaffen, wurde das alte Einspritzverhältnis
von 35 : 65 wieder hergestellt.

Es wurde in der Folge dann durch Veränderungen der Gas-
mengen und Temperaturen, der Verweilzeit und des Produkt-
partialdruckes versucht, die Benzinleistung der Kammer zu
steigern.

Am 9.7. wurde die Gasmenge auf 35.000 m³ vorgenommen.
Obwohl dadurch die Verweilzeit verringert wurde, hat die
Veränderung des Gas-Produktverhältnisses zu Gunsten des
Gases die Hydrierwirkung und damit die Spaltbereitschaft
so gefördert, daß vorübergehend die Bildung der Anteile
bis 165° anstieg, wie aus den Momentproben zu ersehen war.
Der Anilinpunkt der Rückführung wurde weniger negativ bei
gleichzeitigem Absinken des Aromatengehaltes von 55 auf 51%.
Um dieser Abnahme der Aromaten entgegen zu wirken, wurde
am 10.7. die Temperatur um 1/10 mV erhöht.

Die Aromaten stiegen wieder auf 57 - 58%, die Benzinbildung
ging auf ihre alte Höhe zurück.

Bäg - Target

-2-

1

30/4.13

Am 16.7. mußte die Einspritzung vorübergehend auf 12 m³ zurückgenommen und die Temperatur auf 25 mV zurückgefahren werden (Grund: das große Gebläse war ausgefallen).

18. - 31.7.

Die Kammer wurde zunächst wegen Ausfalls des großen Gebläses mit dem kleinen Gebläse weiter gefahren.

Die Temperatur in den Öfen konnte aber trotzdem auf 26⁷, 26⁸ und 26⁹ mV gehalten werden.

Die Einspritzung wurde auf 22 m³ vorgenommen.

Durch diese Erhöhung des Produkt-Partialdruckes ist die Benzinbildung deutlich verschlechtert worden (nur 18% bis 165°).

Die Aromatenbildung aber hielt sich trotz geringerer Verweilzeit bei 58%.

Obwohl die Bedingungen hinsichtlich des Produkt-Partialdruckes für die Aromatenbildung günstig erscheinen, wurde am 23.7. die Verweilzeit durch Zurücknahme des Gases auf 32.000 m³ noch erhöht, weil angenommen wird, daß die die Benzinbildung fördernde Verlängerung der Verweilzeit die hemmende Wirkung des erhöhten Produkt-Partialdruckes übertrifft.

Die Momentprobe des 24.7. bestätigt diese Annahme.

Die Benzinbildung stieg trotz hoher Aromatenzahl (58%) auf 24,5% bis 165°.

Durch diese Beobachtung ermutigt, wurde am 24.7. sogleich die Einspritzung weiter erhöht auf 25 m³.

Hierdurch wurde allerdings die Verweilzeit wieder verringert und das Produkt-Gasverhältnis zu Gunsten des Produktes verschoben.

Die Aromatenbildung stieg und die Benzinerzeugung sank auf 17,5% bis 165°.

Um der vermehrten Aromatenbildung entgegen zu steuern, wurde die Temperatur am 25.7. auf 26⁵, 26⁶ und 26⁷ mV zurückgenommen.

Die Aromatenbildung ging aber nicht merklich zurück und die Benzinbildung an Anteilen bis 165° blieb mit 18% schlecht.

01004

Bag Target

-3-

1 -30/4.13

Es wurde darauf zurückgeführt, daß die Einspritzung im Verhältnis zur Gasmenge und damit der Produkt-Partialdruck zu hoch war.

Am 26.7. wurden aus diesem Grund durch Vornahme der Gasmenge auf 40.000 m³ die Hydrierwirkung und damit die Spaltbereitschaft zu erhöhen versucht, wenn gleich eine Verringerung der Verweilzeit dadurch in Kauf genommen werden mußte. Die Benzinbildung stieg durch diese Maßnahme auf durchschnittlich 20% bis 165°, während die Aromaten bis auf 50% sanken.

Bei einer durchschnittlichen technischen Benzinleistung von 22 kg/1/h hatte das Benzin während d. Mts. einen Aromatengehalt von 55% bei einer Oktanzahl von 90.

gez. Ehrke

Def. Schmitt

Verteiler:

Dir. Duden
Dr. Schmitt
Dipl.-Ing. Damm
Dr. Herrmann
Dr. Ehrke
Dr. Diepenbruck
Dr. Gromann
Dr. Huthwelker

01005

HYDROLYSE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Bag Target
Pölitz, den 8. August 1941 Lt.
BR/ek. 1 - 30/4.13

Kaross 3 - Juli 1941

Analyse	Betriebsdaten	Durchsatz Kreislaufgas max. Temperatur	$\sqrt{21,4 \frac{m^3}{h}}$ $\sqrt{35,090 \frac{m^3}{h}}$ $26^8 - 25^9 - 27^0 - 14^8$
	Einspritzung	Anfrierpunkt Siedepunkt	$-16,0^{\circ}C$ $316^{\circ}C$
	Ableiter	Periakonzentration	2%
	Benzin (C ₁₀ , C ₁₁ , 0,730)	Acetylenhalt Siedehö Oktanzahl " II	54,5% 2,8 71,0 11,2
	Mittelöl	Anfrierpunkt	$-17,7^{\circ}C$
Betriebsbilanz	Gussblechsaiz Freischö Abtreiber Benzin Mittelöl Wangenerluft " (L. Öl - Verl.) C-Vergasung Benzinleistung	14.688,8 t 15.185,5 " 14.250,7 " 2.353,8 " 11.415,9 " 41,1 " 12,8 " 25,5 % 0,16 kg/l/h	

01006

**HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT**

Bag Target

Pölitz, den 15. September/1941 11.
HE/EK.

Herrn Dir. Dr. Wissell

Monatsbericht

Kammer 3 - August 1941

.....

1. bis 5.8.

Die Kammer lief mit einer Einspritzung von 26 m^3 bei 26^5 , 26^6 und 26^7 mV in den Öfen I bis III und 14^8 mV im Raffinationsofen.

Die Mischung lautet wie folgt: Steinkohle-Sumpfmittelöl
R 401/213 am + Rckf. 35 : 65.

Am 5.8. wurde zur Erreichung einer besseren Benzinsbildung versuchsweise die Gasmenge auf 35.000 m^3 reduziert.
(Erhöhung der Verweilzeit).

Der Versuch wurde durchkreuzt, da wegen schlechter Frischproduktlage die Einspritzung vorsorglich am 4. und 5.8. um 5 m^3 reduziert werden mußte.

6. bis 13.8.

Am 6.8. mußte zwecks weiterer Einsparung an Frischprodukt das Verhältnis Frischprodukt : Rückführung von 35 : 65 auf 2 : 8 verändert werden.

Interessant war dabei, daß bei der geringen Frischproduktmenge der Ofen IV von 14^8 auf 14^4 mV abfiel.

Die Reaktion im Ofen war wegen des geringen Frischproduktes so gering, daß die Temperaturen nur durch Wegnahme der Kaltgasmenge bei ausgefahrenen Vorheisern gehalten werden konnte. Die dadurch verringerte Strömungsgeschwindigkeit brachte keine Wärme mehr in den Ofen IV.

Am 8.8. konnte das Verhältnis wieder auf 3 : 7 verändert werden, da die Kammer 12 wieder voll eingesetzt werden konnte.

Die Einspritzmenge konnte nach vorübergehender Senkung von 17 m^3 , am 8.8. auf 20 m^3 und am 13.8. auf 25 m^3 erhöht werden.

01007

14. bis 26.8.

Durch das zusätzliche Fahren einer zweiten Kohlsorte (K215) in der Suspensionsphase wurde die Einspritzmischung wie folgt geändert:

R 401/215/215 mm + Bekf. 3 : 7.

Am 14.8. wurde versuchsweise die Gasmenge auf 37.000 m³ erhöht.

Sämtliche vorgenannten Maßnahmen zur Hebung der Benzinbildung, wie Frischproduktserhöhung, Einspritzmengenreduktion und Gaserhöhung brachten keine Leistungsteigerung.

Die Benzinbildung bis 165° im Abstreifer blieb meist unter 20%.

Am 16.8. nahm die Druckdifferenz im Ofen II bis auf 11 at. zu.

Es wurde vermutet, daß sich infolge Altersschwäche des Kontaktes durch Festigkeitsverminderung desselben Kontaktstaud gebildet hatte.

Am 21. und 22.8. wurde zwecks Verminderung der Druckdifferenz die Einspritzung um je 2 m³ auf 18 m³ gesenkt und die Eingangsgasmenge auf 33.000 m³ reduziert.

Trotzdem stieg die Druckdifferenz im Ofen II von 11 auf 13 at.

Die Benzinbildung bis 165° im Abstreifer stieg aber erstaunlicherweise auf 23%.

Wenn trotzdem die Gesamtleistung nicht über 0,18 kg/l/h stieg, so lag das an dem geringen Gesamtdurchsatz.

Eine Erklärung der Erhöhung des Benzinanteiles im Abstreifer wurde in der intermittierenden Entnahme von Rückführ-Mittelöl aus dem Kreislauf gefunden.

Dadurch stieg der Anilinpunkt der Einspritzung von -18 auf -10 und enthielt somit weniger schwer spaltbare Aromaten.

27. bis 29.8.

Die Einspritzung wurde auf 16 m³ reduziert (Grund: Ausfall der Kammer 13).

Gleichzeitig wurde die Mischung von 30 : 70 auf 35 : 65 (mehr Frischprodukt) geändert und die Gasmenge auf 32.000 m³ zurückgenommen.

Bag Target

1 -30/4.13

-3-

Unter diesen Bedingungen ergab sich eine Steigerung der Benzinsbildung bis 155° im Abstreifer von 28 auf 36%, so daß die Leistung trotz des geringen Durchsatzes auf 0,22 kg/l/h anstieg.

Man muß annehmen, daß im Augenblick die richtigen Fahrbedingungen gefunden waren, und zwar durch:

- 1.) Steigerung des Anliepunktes der Einspritzung von -18 auf -10 durch Entnahme von Rückführ-Mittelöl aus dem Kreislauf.
- 2.) Verschiebung des Gas-Produktverhältnisses zu Gunsten des Wasserstoff-Partialdruckes.

Durch die starke Zurücknahme des Produkt-Partialdruckes sank der Aromatengehalt etwas ab. Dadurch aber, daß die Temperatur in Anbetracht der geringen Einspritzung noch sehr hoch lag, wurde das Absinken der Aromaten auf unter 50% verhindert, so daß wir unter den vorgenannten Bedingungen bei guter Benzinsleistung noch ausreichend Aromaten erhielten. Am 30.8. wurde die Kammer wegen zu hoher Druckdifferenz im Ofen II abgestellt. Der Ausbaubefund bestätigte die ursprüngliche Annahme:

Wald 7 in Ofen II war stark durch Kontaktstaub verstopft. Die ausgebauten Füllen zeigten im Durchschnitt nur noch die halbe Festigkeit des neuen Kontaktes.

Verteiler:

Dir. Duden
Dr. Schmitt
Dipl.-Ing. Damm
Dr. Herrmann
Dr. Ehrke
Dr. Diepenbruck
Dr. Gromann
Dr. Rützelker

gez. Ehrke

gez. Damm

Dipl. Schmitt

01009

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 13. September 1941 Lt.
BH/Ek.

Tabelle Kammern 3 - August 1941

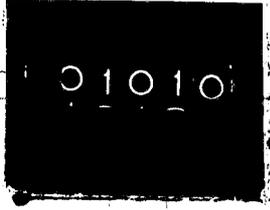
Bag Target

1 - 30/4.13

Betriebsdaten		Durchsatz	28,1 m ³ 14,4 m ³ 20,2 m ³
		Kreislaufgas	35.000 m ³ /h
		max. Temperatur	Ofen I 26 ⁵ , II 26 ⁶ , III 26 ⁷ , IV 14 ⁸ mV
ANALYSEN	Einspritzung	Anflinpunkt	- 19,0 °C
		Siedeendpunkt	316 °C
	Abstrahler	Benzinkonzentration	19,3 Gew.%
	Benzin (spez. Gew. 0,804)	Aromatengehalt	52,0%
		Jodzahl	2,5%
Oktanzahl I		78,0	
	" " II	31,3	
Mittelöl	Anflinpunkt	- 15,3 °C	
Betriebsbilanz		Gesamtdurchsatz	13.061,4 to
		Frischöldurchsatz	4.259,2 "
		Benzin	2.426,2 "
		Mittelöl	10.165,4 "
		Mengenverlust	468,0 "
		C-Vergasung	23,6%
		Benzinleistung	0,15 kg/l/h (i. Mittel)

Das Urheberrecht an diesen Zeichnungen und sämtlichen Beilagen verbleibt bei uns. Sie sind dem Empfänger nur zum persönlichen Gebrauch anvertraut. Ohne unsere schriftliche Genehmigung dürfen sie nicht kopiert oder veröffentlicht werden. Unrechtmäßige Benützung durch den Empfänger oder Dritte auf Verlangen der Erfindungsgemeinschaft wird strafrechtlich verfolgt. Die Zeichnungen und sämtliche Beilagen sind als im Falle des Nichtzustandekommens sofort zurückzugeben.

Hydrierwerke Pölitz Aktiengesellschaft
(Pölitz Pomm.)
Tag



HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Bag Target
Pölitz, den 1. April 1941 Sr
BL/Mft 1

A k t e n n o t i z

Vertraulich!

Betr.: Besprechung mit Dr. Hirschberger I.G.Lu vom 29.3. in Pölitz
über CV2b- bzw. DHD-Benzine.

1) Voraussetzungen für genügende Überladbarkeit.

- a) Aromatengehalt (excl. Ungesättigte) vom Gesamtbenzin:
50 Vol.% = 55 Gew.%
- b) Klopffwert (M.M.) unverbleit vom aromatenfreien
Restbenzin: mindestens 0,2.62 (Scholven: 63-65)
- c) Siedekurve: mindestens 45% bis 100°

Der erforderliche Aromatengehalt ist leichter erreichbar
und das Restbenzin ist besser bei der Verwendung von Teer-
Sumpfmittelöl als bei Verflüssigungs-Mittelöl.

Scholven verwendet im Frischprodukt der CV2b-Kammer
an Teer-Sumpfmittelöl weniger als 1/3.

2) Entwicklungstendenzen der aromatenhaltigen Benzine.

Bisher wurde das CV2b-Benzin mit Isooktan zu Fertigtreib-
stoff gemischt, wobei der Dampfdruck von max. 0,4 durch die
Zumischung heruntergedrückt wird. Die Bestrebungen gehen nun-
mehr dahin, die Isooktan-Mischkomponente durch 6434-Leichtbenzin
zu einem C₃-Brennstoff zu ersetzen. Infolgedessen wird wahr-
scheinlich erforderlich werden, daß das CV2b-Benzin als
solches auf einen niedrigeren Dampfdruck (etwa 0,35) durch
Herausnahme des gesamten Butans gestellt wird. Das Labora-
torium der I.G.Lu versucht zur Zeit, in einer Stabilisierung-
kolonne mit nachgeschaltetem Bunsen-Schillings-Apparat zur
continuerlichen Bestimmung der Dampfdichte das CV2b-Benzin
praktisch (unter 0,1%) butanfrei zu machen.

01011

3) Sauerstoffbombentest.

Die Entwicklung des Bombentests verlief etwa folgendermaßen: Vor längerer Zeit wurde an der Front bemerkt, daß Fässer mit verbleitem Benzin Bleischlamm enthielten. Hierauf wurden zeitweise vom RLM die Verwendung entsprechender Benzine gesperrt. Das RLM beauftragte die DVI, Reihenversuche unter Mitwirkung von Benzinfirmen bezüglich des Verhaltens von verbleitem Benzin anzustellen. Die Ergebnisse dieser Versuchsreihen wurden in Berlin am 24.3.41 beim RLM besprochen.

Resultat: Der Bombentest vom verbleitem Benzin in der jetzigen Form ist unbrauchbar, weil er ein falsches Bild gibt. Die Reste streuen nicht nur bei verschiedenen Prüfstellen, sondern auch bei derselben Prüfstelle in sehr weiten Grenzen von unter 10 bis zu 70 mgr. Auch Bleischlamm I wurde hierbei quantitativ bestimmt mittels Filtration durch eine Glassinternutsche. Außerdem wurde beobachtet, daß alkalische Gläser einen höheren Abdampftest, Spuren von Säuren in Benzin einen niedrigeren Abdampftest ergeben. Neuerdings werden auch vom RLM Versuche mit Inhibitoren wie z.B. Lecithin bzw. OP-(9, Holzsteerphenole der Union Oil) angestellt. Es sieht so aus als ob die Qualitäts-Anforderung "ohne Fremdsatz" in absehbarer Zeit fallen würde und Inhibitoren zugelassen würden. Zweckmäßig macht HWP verbleite Bombenteste in Zeitabständen von sowohl unverbleit wie verbleit gelagertem Benzin.

4) Absprache.

I.G.Lu schickt am Dienstag, den 1. April 1941, Herrn Dr. Lajus sowie den Laboranten Braun für Aromaten-Extraktionsversuche nach Pölitz. Ab Donnerstag wird Dr. Hirschberger für den Rest der Woche in Pölitz sein. Da zur Zeit die Klopfwertbestimmungen der I.G.Lu nicht in Ordnung sind, bittet Dr. Hirschberger bei Probesendungen unsere O.Z. mitanzugeben.

-3-

Bag Target

1 -3074 13

Dr.Hirschberger erhielt vom Hauptlaboratorium ausgehändigt:
CV2b-Qualitätsvorschriften des RLM vom September 1940.
2 Kurven für die Aromatenbestimmung aus Anilinpunkten.
CV2b-Benzin-Zusammenstellung vom 29.3.41.
HVP-Vorschlag zur Aromatenbestimmung vom 29.3.41.
Eigenschaften angebrauchter Lauge, Zusammenstellung vom 29.3.

HAUPTLABORATORIUM

Verteiler:

Dr.Nissel
Dr.Schmitt
Dr.Montfort

01013

CV2b-Benzin-Untersuchungen

G e h e i m

Produkt:	Qualitätsvorschr.	CV2b-Benzin aus Kammer 3, Stabil- anlage 1	CV2b+DHD Benzin (Kammer 3 +Kammer 1) von C ₂ -Dest. unstabili- siert.	CV2b-Benzin von Kammer 3, aus Sta- bilanlage 1	CV2b+DHD Benzin (Kammer 3+Kammer 1) von Tank 202.
Datum:	Bag Target	25.2.15 ^h	16.3.41.	22.3.11 ^{Joh}	27.3.41.
Vorhandene Menge:	-30/4.13	-	-	-	1400 to
Eupfänger:		I.G.Lu	I.G.Lu	Intava	I.G.Lu, Intava
Probemenge:		50 Liter	1 Kanne	50 Liter	Je 50 Lit.
Probenausgang:		28.2.41.	17.3.41.	22.3.41.	27.3.41.
Probenummer:		V 576	BD 8	V 702	V 735a
Klopffwert (M.M.) + 0,12 % Pb vs. Gew./15 ^o	mindestens 0.Z.77 " 0.Z.90 0,790-0,810	74,6 90,5 0,7715	78,1 89,7 0,802	78,2 90,4 0,7915	77,3 90,0 0,7944
Stödekurve:					
Beginn:	45-50°C	39°	45°	49°	42°
10 % Pkt.	80°C	65°	91°	72°	74°
20% "		79°	101°	85°	86°
30% "	100°C	89°	106°	95°	94°
40% "		96°	113°	100°	101°
50% "		103°	120°	107°	108°
60% "		111°	128°	115°	116°
70% "		122°	135°	126°	127°
80% "		136°	143°	135°	136°
90% "	160°C	151°	153°	147°	148°
95% "	165°C	161°	161°	155°	156°
Endpunkt %		164°/97	165°/97,5	161°/97,5	161°/98
% bis 70°		13	3	9,5	8,5
% " 100°		44	19	40,0	39
Rückstand Vol. %		1	1	1	1
Verlust "	nicht über 2 Vol. %	2	1,5	1,5	1
Anilinpunkt I:		18,2	+ 3	+ 2	1,3
A: linpunkt II:		51,6	52,4	49,5	48,5
Dampfdruck w. 37,8:	nicht über 0,4	0,47	0,40	0,33	0,36
Abblastes verbleit:	5 mgr (unverbleit)			2,3	
vor Alterung					
nach					
Harz					
Bleischlamm II	nicht über 10			4,5-4,7) ¹⁰¹	5,1-10,1
Schwefelgehalt:	nicht über 0,05%	0,013		5,4-7,7) ¹¹²	0,006
Jodsahl/100 gr:	nicht über 4 gr	0,82	3,8	5,3	3,8
Schmelzpunkt:	unter -60°C				u. -60°
Korrosion:	ohne	neg.	neg.		neg.
Ungeklärt. Vol. %:		2	3	1	2,0
Aromaten:		31,0	48	44,5	44,5
Naphthene:		41,0	28,5	37,5	38,0
Paraffine:		26,0	20,5	17,0	15,5
Überladeversuche:					

Verteiler Wi, Sch, Mft.

HAUPTLABORATORIUM
gez. Montfort



HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 27. März 1941 Sr
BL/Mft

CV2b- und DHD-Bensine!

Bag Target

1 -307413

Benzintyp Kammer/Tank Destillation Datum Probemummer	CV2b		Mischung CV2b + DHD	DHD
	3 Labor 18.3.41. g V 679	201 technisch. 18.3.41. 13 ^h P 71	20A technisch. 19.3.41. 16 ^{oh} P 73	1 Labor 18.3.41. g V 679
Klopffwert (M.M.) + 0,12 % Pb	78,9	74,6	77,6	82,5
spez. Gew./15°	90,3	89,3	90,8	91,2
Siedekurve	0,792	0,776	0,787	0,804
Beginn	40°	45°	44°	53°
10 % Pkt.	71°	70°	75°	91°
20 % "	84°	81°	90°	105°
30 % "	91°	89°	99°	115°
40 % "	97°	96°	105°	121°
50 % "	103°	103°	113°	126°
60 % "	109°	111°	121°	132°
70 % "	118°	120°	130°	137°
80 % "	131°	132°	139°	143°
90 % "	153°	145°	148°	150°
95 % "	170°	154°	157°	158°
Endpunkt/%	175°/97	161°/98	162°/98	168°/98
Rückstand Vol. %	1	1	1	1
Verlust "	2	1	1	1
% bis 70° Vol. %	9	10	7	1
% " 100° "	47	47	31	17
Anilinpunkt I	+6	+18,3	+8,1	-3
Anilinpunkt II	+48	+50,7	+51,9	+59,5
Dampfdruck/38° C	0,44	0,36	0,39	0,25
Abblastest verbleit vor Alterung _x) nach "	0,7-1,6	2,0-2,9	0,7-1,7	0,4-2,0
Mars +Pb II/ Mars	4,1-9,3/3,5-8,5	6,2-10,1/6,0-8,8	3,0-4,7/3-4,7	7,5-17,1/ 2-7,2
Jodzahl	2,2	1,6	2,3	3,5
Korrosion	ohne	ohne	ohne	ohne
Dektortest	negativ	negativ	negativ	negativ
Ungesättigte Vol. %	2,5	1	1,5	2,5
Aromaten "	42	32	38,5	55
Naphthene "	40,5	43	36	14,5
Paraffine "	15	24	24	28

x)

mit technisch angebrauchter Lauge vorbehandelt (kein Druckabfall).
Bei Vorbehandlung mit Frischlauge: Druckabfall und Abblasteste
von 11-70 !!

HAUPTLABORATORIUM

Verteiler: Wi, Sch, Dp, Ste, Htw, Mft, Fr, Kr, St.

01015

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Bag - Target

PÖlitz, den 27. März 1941
BL/MfT 1/4. 13 Sr

CV2b- und DHD-Abstreifer: Kurze Labor-Untersuchung

(Proben vom 17.3.41. an I.G.Lu gesandt)

Produkt	CV2b-Abstreifer	DHD-Abstreifer
Kammer	3	1
Datum	16.3.41.	16.3.41.
Behälterbezeichnung	BD 7	BD 6
Menge	1 Faß	1 Faß
<u>Gesamtprodukt</u>		
spez. Gew./15°	0,859	0,824
Anilinpunkt	- 0,7°	- 14°
<u>Siedekurve</u>		
Beginn	55°	55°
- 70°	1	1
- 100°	4,5	5
- 120°	7,5	13,5
- 140°	12	35
- 160°	18,5	65
- 180°	30	87
- 200°	50	95
- 225°	75	-
- 250°	85,5	-
- 275°	93	-
- 300°	96	-
Endpunkt/%	308°/97,5	219°/97,5
Rückstand	1	1,5
Verlust	1,5	1
<u>Benzin bis 165°C</u>		
Vol.%	20	73
Anilinpunkt I	+ 2	- 7
Anilinpunkt II	+ 48,2	+ 60
Ungesättigte + Aromaten Vol.%	40	57
Jodsahl	2,5	3,5

HAUPTLABORATORIUM

Verteiler: Wi, Sch, Dp, Htw, Mft, Fr, Kr, St, Ste.

01016

HYDRISWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 27. März 1941 Sr
BL/Mft

W
Aktennotiz

Bag Target
1 30/4.13

Eigenschaften der für die Laugenwäsche von GV2b- bzw. DHD-Benzin
verwendeten technisch angebrachten Lauge (Benzinwäsche II vom 21.3.41.)
Berechnung des Sättigungsgrades.

Gesamt-NaOH : 109,6 gr/L
freie NaOH : 79,6 "
CO₂ : 4,8 "
H₂S : 9,8 "
Phenole : 4,0 "

Sättigungsgrad: 29

Sättigungsgrad 100 = Na₂S

Sättigungsgrad 200 = NaSH

Die Lauge darf nur bis zum Sättigungsgrad von 80-90 verwendet
werden.

Berechnung des Sättigungsgrades:

40 : 34 = 79,6 : x
(MG:NaOH) (MG:H₂S) (freie NaOH) (noch verbrauchbarer H₂S)
x : 200 = 9,8 : y
(verbrauchter H₂S) (Sättigungsgrad)

HAUPTLABORATORIUM

Verteiler: Wl, Sch, Dp, Htw, Mft, Fr, Kr, Ste, St.

01017

Geheim

Abschrift 46g

GL 5 II E

Berlin, den 19. Sept. 1940

Bag Target

1 -30/4.13

Entwurf

Technische Lieferbedingungen für CV 2b

II. Beschaffenheitsbedingungen

- 1.) Reinheit: Der Kraftstoff muss wasserklar, frei von ungelöstem Wasser und Säure sein und darf keine festen Fremdstoffe enthalten.
- 2.) Zusammensetzung: Hydrierbenzin ohne Zusätze.
- 3.) Klopfestigkeit: Oktanzahl ohne Bleitetraethylzusatz mindestens 77.
Durch Zusatz von höchstens 1,2 ccm Bleitetraethyl auf 1000 ccm Benzin muss mindestens Oktanzahl 90 erreicht werden.
- 4.) Dichte bei 15°C: Zwischen 0,790 und 0,810 kg/ltr.
- 5.) Siedeverhalten: Siedebeginn bei 45° - 50°C
Es müssen überdestillieren:
10 Vol.-% bei 80°C
30 " " 100°C
95 " " 160°C
Siedeschluss 165°C
Destillationsverlust nicht über 2 Vol.-%.
- 6.) Säuregehalt: Der nach der Destillation im Kolben verbleibende Rest darf nicht sauer reagieren.
- 7.) Dampfdruck: Nicht über 0,4 at bei 37,8°C (nach Reid)
- 8.) Verdampfungsrückstand: Bei Verdampfung von 100 ccm des Kraftstoffes dürfen höchstens 5 mg Rückstand hinterbleiben.
- 9.) Schwefelgehalt: Nicht über 0,05 Gew.-%.
- 10.) Jodzahl: Nicht über 4 g/100 g.
- 11.) Schmelzpunkt: Der Schmelzpunkt des bis zur Kristallisation abgekühlten Kraftstoffes darf nicht über -60°C liegen.
- 12.) Korrosion: Keine grauen oder schwarzen Flecke oder Anfrassungen beim Kupferblechstreifenverfahren.
- 13.) Alterungstest: Der Verdampfungsrückstand darf nach 4 Std in der Bombe bei 100° und 7 at(1) Sauerstoff mit und ohne 0,12 Vol.-% Bleitetraethyl nicht 10 mg überschreiten.

W. S. L. 20. 11. 1940

01018

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz den 17.2.41. Sr
BL/Mft Bag Target

1 Vertraglich. 13

Zu CV2b-Benzinherstellung.

(Besprechung mit Dr. Hirschberger I.G. Lu (Hochdruckversuche)
vom 10./11.2.41)

Eine Probenahmestelle zwischen Aromatisierungs-
kontakt und Hydrierkontakt hält Dr. Simon-Lu für sehr erwünscht,
Dr. Hirschberger-Lu für unbedingt erforderlich. Zum Vergleich wurden
hinter jedem einzelnen der DHD-Öfen von Dr. Burian-Lu Probenahmestellen
vorgesehen. Lu legt Wert darauf, daß das Benzin nach der Stabi-
lisierung gelaugt wird, während HWP auf Anraten von Leuna vor
der Stabilisierung laugt. Noch vor Erreichung von 50 Vol.% Aromaten
schickt HWP je ca. 50 Liter Benzinproben an Dr. Pier und Intava,
nach Erreichung außerdem an DVL (Dr. Phillipovich).

Zweckmäßig kommen alle Untersuchungsproben unverbleit
zum Versand, am besten in Reineisen-Blechgefäßen (Schwarzblech,
nicht verzinkt) ohne Lederdichtung, weil Leder fetthaltig ist.
Die I.G. Lu schickt sofort als Expressgut ca. 30 Liter CV2b-Benzin
nebst Analysendaten an HWP zu Übungszwecken.

Wichtig ist, daß zumal im Anfang kein Benzin das
Werk verläßt, welches nicht in jeder Hinsicht absolut in Ordnung ist.
Was das Fertigbenzin angeht, so ist dabei auf folgendes zu achten:

Klopfwert (um sicher zu gehen): ohne Blei 0.Z.80
mit Blei 0.Z.90.

Jodzahl: auf ca. 3 halten

Aromatengehalt: 50 Vol.% = 55 Gew.%

Dampfdruck b. 37,8°C: max. 0,4 atü. Da nur ca. 5% Pentan
im Benzin vorhanden sind, könnte weiteres Pentan
(aus anderer Produktion) zur Verbesserung von Klopf-
wert und Überladefähigkeit zugesetzt werden.

Endpunkt: nicht über 165-167°.

% bis 100°C: ca. 30

Gefrierpunkt: unter -60°C

Trübungspunkt (nicht vorgeschrieben): ca. -10 bis -20°.

In Lu wird das Benzin nicht besonders ge-
trocknet.

Vert.: Wl, Schm, Da, Dp, Htw, Mft, Fr, Kr, St.

01019

HYDRIERWERKE BÖLITZ A.G.
- Hauptlaboratorium -

Bag Target

Bölitz, den 29.8.1941 Mr

1 30/4.13

Kleine Untersuchung der Kammer 3.

Tagesdurchschnitt vom 20.8.1941

Einspritzung: R 401/213 sm + Rückführung 3:7

Öl - Untersuchungen:

	<u>Einspritz-Komponenten</u>		
	<u>Gesamt-</u> <u>Einspritzprodukt</u>	<u>Frischprodukt</u>	<u>Rückführung</u>
Spez. Gewicht/20°	0,915	0,958	0,895
Anilinpunkt (ber.)	-17,1	-19,7	-16,1
Phenole (gr/100 ccm)	2,1	0,2	0,01
Siedekurve			
Siedebeginn:	178°	174°	173°
10 Vol. % Punkt	187°	187°	181°
20 Vol. % "	194°	195°	185°
30 Vol. % "	199°	201°	188°
40 Vol. % "	206°	208°	192°
50 Vol. % "	216°	216°	198°
60 Vol. % "	226°	228°	205°
70 Vol. % "	240°	249°	213°
80 Vol. % "	268°	275°	228°
90 Vol. % "	294°	300°	253°
95 Vol. % "	313°	316°	274°
bis 300°	91,5 %	98,0 %	-
Endpunkt	322°/98,0 %	327°/98,5 %	294°/99,0 %
Rückstand	1,5 %	1,0 %	1,0 %
Verlust	0,5 %	0,5 %	-

Fractionen:

	Spez. Gewicht/20°	A.P. (ber.)
180-210°	0,885	- 14,5°
210-230°	0,911	- 19,3°
240-270°	0,946	- 22,5°
280-310°	0,988	- 26,7°

Abstreifenprodukt:

Spez. Gewicht/20°	0,873
Anilinpunkt (ber.)	-10,5°
Phenole (gr/100 ccm)	0,01
Siedekurve	
Siedebeginn	66°
10 Vol. % Punkt	146°
20 Vol. % "	167°
30 Vol. % "	178°
40 Vol. % "	187°

50 Vol. % Punkt	
60 Vol. % "	193°
70 Vol. % "	202°
80 Vol. % "	214°
90 Vol. % "	230°
95 Vol. % "	258°
bis 140°	280°
bis 165°	8,5
Endpunkt	19,0
Rückstand	302°/97,0 %
Verlust	1,5
	1,5

Fraktionen:	Spez. Gewicht/20°	A.P. (ber.)
110-140°	0,794	+ 2,5°
150-180°	0,846	-11,3°
180-210°	0,874	-12,7°
210-230°	0,900	-15,3°
240-270°	0,931	-16,9°

Abstreiferbenzin bis 165°:

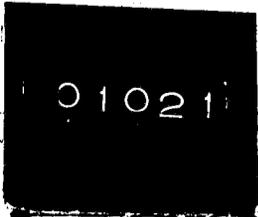
Ausbeute	20,0 Vol. % = 18,6 Gew. %
Spez. Gewicht/20°	0,812
Klopfwert (M.M.)	77,9
+ 0,12 % Pb	91,7
Dampfdruck/37,8°C	0,22 atü
Anilinpunkt I (ber.)	-3,8
Anilinpunkt II	+49,2
Unges. + aromaten	53,0 Vol. %
Naphthene	32,0 " "
Paraffine	15,0 " "
Jodzahl (Methode 38)	2,5
Kupferstreifentest	negativ
Doctortest	negativ (bräunlich)

Siedekurve:

Siedebeginn:	
10 Vol. % Punkt	61°
20 Vol. % "	91°
30 Vol. % "	98°
40 Vol. % "	104°
50 Vol. % "	112°
60 Vol. % "	124°
70 Vol. % "	132°
80 Vol. % "	143°
90 Vol. % "	154°
95 Vol. % "	169°
bis 70°	179°
bis 100°	2 Vol. %
Endpunkt	23 " "
Rückstand	183°/97
Verlust	1
	2

Abstreifer-Mittelöl über 165°:

Spez. Gewicht/20°	0,994
Anilinpunkt (ber.)	-13,1°
Ausbeute	78,4 Vol. % = 80,3 Gew. %



Siedekurve

Siedebeginn	175°
10 Vol.-% Punkt	185°
20 Vol.-% "	192°
30 Vol.-% "	195°
40 Vol.-% "	199°
50 Vol.-% "	205°
60 Vol.-% "	212°
70 Vol.-% "	222°
80 Vol.-% "	241°
90 Vol.-% "	265°
95 Vol.-% "	279°
bis 300°	98,0
bis 325°	-
Endpunkt	308°/98,5
Rückstand	1,5
Verlust	-

Wasser - Untersuchungen :

Abstreiferwasser (gr/Ltr)

NH ₃	19,3
Cl ₂	0,008
Fe	0,003
Phenole	0,5
H ₂ S	18,9
CO ₂	1,8

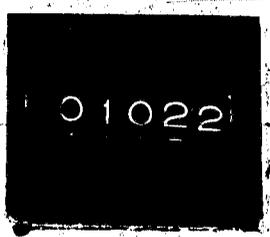
Gas - Untersuchungen :

	Armgas	Reichgas	Abstreifer(gr/kg)
CO ₂	0,6	1,7	0,275
H ₂ S	0,2	2,2	0,037
CnHm	0,1	-	-
O ₂	0,0	0,0	-
CO	0,2	0,6	0,010
H ₂	67,8	7,2	0,012
H ₂	4,8	1,4	-
C ₅	13,3	2,3	-
C ₁	-	6,0	0,02
C ₂	-	31,0	1,46
C ₃	-	31,0	6,89
C ₄	-	16,6	16,63
NH ₃	-	-	0,016
Zn	19,9	-	-
KW	26,3	-	-
C-Z	1,76	-	-

Verteiler:

Dr. Wissel
 Dr. Schmitt → D. I. Damm - *Dr. Heine*
 Dr. Diepenbruck → Dr. Huthweller
 BL (3 x)

923. Beuhner
 923. Große-Göttinghaus
 923. Widder
 923. Montfort



Kydrierwerke Pöhlitz A.G.
- Hauptlaboratorium -

Bag

Pöhlitz, den 29.8.1941 DA
Bl. get

1

30/4

Kleine Untersuchung der Kammer 3.

Tagesdurchschnitt vom 15.8.1941

Einspritzung: R 401/213 Sm + Rückführung 3:7

Öl - Untersuchungen:

	<u>Einspritz-Komponenten</u>		
	<u>Gesamt- Einspritzprodukt</u>	<u>Frischprodukt</u>	<u>Rückführung</u>
Spez. Gewicht/20°	0,914	0,957	0,896
Anilinpunkt (ber.)	-17,6°	-23,6°	-15,6°
Phenole (gr/100 ccm)	2,4	6,3	0,05
<u>Siedekurve:</u>			
Siedebeginn:			
10 Vol.% Punkt	175°	183°	181°
20 " "	188°	206°	187°
30 " "	192°	216°	191°
40 " "	200°	225°	194°
50 " "	206°	233°	197°
60 " "	213°	242°	204°
70 " "	223°	256°	209°
80 " "	242°	268°	218°
90 " "	262°	281°	236°
95 " "	285°	293°	262°
	305°	300°	284°
bis 300°	94,5 %		
Endpunkt	317°/98,0 %	311°/99,0 %	307°/99,0 %
Rückstand	1,5 %	1,0 %	1,0 %
Verlust	0,5 %	-	-

Fraktion:	Sp. Gew./20°	A.P. (ber.)
180-210°	0,886	-13,6°
210-230°	0,910	-19,0°
240-270°	0,948	-21,6°
280-310°	0,986	-23,6°

Abstreiferprodukt:

Spez. Gewicht/20°	0,876
Anilinpunkt (ber.)	-13,4°
Phenole (gr/100 ccm)	0,02
<u>Siedekurve</u>	
Siedebeginn:	
10 Vol.% Punkt	70°
20 " "	148°
30 " "	174°
40 " "	187°
50 " "	193°
60 " "	200°
70 " "	206°
80 " "	217°
90 " "	234°
95 " "	263°
	296°

01023

bis 140°	8,0 %	Bag	Target
" 165°	17,5 %		
Endpunkt	310°/97,5 %	1	-30/4.13
Rückstand	1,5 %		
Verlust	1,0 %		

Fraktionen:	Spez.Gewicht/20°	A.P. (ber.)
110-140°	0,784	+ 6,0°
150-180°	0,844	-10,6°
180-210°	0,874	-13,2°
210-230°	0,899	-16,2°
240-270°	0,930	-17,0°

Abstreiferbenzin bis 165°

Ausbeute:	18,0 Vol.% = 16,6 Gew.%
Spez.Gewicht/20°	0,809
Klopffwert (N.M)	77,4
Dampfdruck/37,8°C	0,26
Anilinpunkt I (ber.)	-4,0°
Anilinpunkt II	+48,6°
Unges.+Aromaten	52,5 Vol.%
Naphthene	33,5 "
Paraffine	14,0 "
Jodzahl (Methode 38)	3,1
Kupferstreifentest	negativ
Doortortest	negativ
Siedekurve	
Siedebeginn	55°
10 Vol.% Punkt	91°
20 " "	100°
30 " "	106°
40 " "	113°
50 " "	120°
60 " "	128°
70 " "	139°
80 " "	150°
90 " "	165°
95 " "	175°
bis 70°	1,5 Vol.%
" 100°	20,0 "
Endpunkt	183°/98,0 "
Rückstand	1,0 "
Verlust	1,0 "

Abstreifer-Mittelöl über 165°

Spez.Gewicht/20°	0,893
Anilinpunkt (ber.)	-15,6°
Siedekurve:	
Siedebeginn:	175°
10 Vol.% Punkt	185°
20 " "	190°
30 " "	197°
40 " "	200°
50 " "	205°
60 " "	210°
70 " "	220°
80 " "	240°
90 " "	263°
95 " "	284°



Bis 300° 97,5 %
 Endpunkt 312°/98,5 %
 Rückstand 1,5 %

Wasser - Untersuchungen :

Abstreiferwasser (gr/Ltr)

NH₃ 17,7
 Cl 0,049
 Fe 0,003
 Phenole 0,033

Gas - Untersuchungen :

	Armgas	Reichgas	Abstreifer (gr/kg)
CO ₂	0,1	3,0	0,134
H ₂ S	0,2	0,9	-
NH ₃	-	-	0,001
CmHn	0,3	-	-
O ₂	0,0	0,0	-
CO	0,0	0,6	-
H ₂	67,4	10,5	0,014
N ₂	4,6	1,4	-
Zu	18,3	-	-
KW	27,4	-	-
C-Z.	1,67	-	-
O ₂	-	5,9	0,03
C ₂	-	27,3	0,80
C ₃	-	30,4	5,33
C ₄	-	17,4	5,35
C ₅	5,8	2,6	-

Verteiler:

Dr. Wissel

Dr. Schmitt > D.I. Damm - *D. Herzer*

Dr. Diepenbruck > Dr. Huthwelker

BL (3x)

01025

Hydrierwerke Pölitz A.G.
- Hauptlaboratorium -

Pölitz, den 29.8.1941 Dd
BL

W

Kleine Untersuchung der Kammer 3.

Tagesdurchschnitt vom 13.8.1941

Einspritzung: R 401/am + Rückführung 3:7

Öl - Untersuchungen:

	<u>Einspritz-Komponenten</u>		
	<u>Gesamt-Einspritzprodukt</u>	<u>Frischprodukt</u>	<u>Rückführung</u>
Spez. Gewicht/20°	0,914	0,952	0,895
Anilinpunkt (ber.)	-18,8°	-21,0°	-15,2°
Phenole (gr./100 ccm)	2,2	7,6	0,05
<u>Siedekurve:</u>			
Siedebeginn:	173°	181°	172°
10 Vol.-% Punkt	186°	212°	182°
20 " "	190°	220°	186°
30 " "	195°	230°	190°
40 " "	204°	238°	195°
50 " "	212°	247°	197°
60 " "	224°	255°	205°
70 " "	238°	268°	214°
80 " "	258°	281°	230°
90 " "	286°	294°	251°
95 " "	305°	300°	276°
bis 300°	95,5 %	-	-
Endpunkt	320°/98,0 %	312°/98,5 %	298°/98,5 %
Rückstand	1,5 %	1,5 %	1,0 %
Verlust	0,5 %	-	0,5 %
<u>Fraktionen:</u>	Sp. Gew./20°	A. P. (ber.)	
180-210°	0,882	-10,0°	
210-230°	0,907	-19,8°	
240-270°	0,942	-25,8°	
280-310°	0,982	-27,8°	

Abstreiferprodukt:

Spez. Gewicht/20°	0,875
Anilinpunkt (ber.)	-12,6°
Phenole (gr./100 ccm)	0,01
<u>Siedekurve:</u>	
Siedebeginn:	75°
10 Vol.-% Punkt	145°
20 " "	165°
30 " "	176°
40 " "	184°
50 " "	194°
60 " "	201°
70 " "	210°
80 " "	224°
90 " "	253°
95 " "	280°
bis 140°	8,5 %



Bag Target
1 -30/4.13

bis 165°
Endpunkt 293°/97,5 %
Rückstand 1,5 %
Verlust 1,0 %

Fraktionen:	Spez.Gewicht/20°	A.P. (ber.)
110-140°	0,798	0,0
150-180°	0,850	-12,0°
180-210°	0,878	-14,0°
210-230°	0,906	-18,4°
240-270°	0,939	-20,2°

Abstreiferbenzin bis 165°

Ausbeute: 20,5 Vol.% = 18,8 Gew.%
 Spez.Gewicht/20° 0,804
 Klopfwert (M.M) 78,6
 " + 0,12 % Pp 91,0
 Dampfdruck/37,8°C 0,32
 Anilinpunkt I (ber.) -3,2°
 Anilinpunkt II +48,5°
 Unges.+Aromaten 52,5 Vol.%
 Naphthene 23,5 "
 Paraffine 14,0 "
 Jodzahl (Methode 38) 2,6
 Kupferstreifentest negativ
 Doctortest negativ

Siedekurve:
 Siedebeginn: 51°
 10 Vol.% Punkt 86°
 20 " " 96°
 30 " " 103°
 40 " " 109°
 50 " " 112°
 60 " " 125°
 70 " " 133°
 80 " " 145°
 90 " " 160°
 95 " " 172°
 bis 70° 4,0 Vol.%
 " 100° 26,0 "
 Endpunkt 180°/98,0 "
 Rückstand 1,0 "
 Verlust 1,0 "

Abstreifer-Mittelöl über 165°

Spez.Gewicht/20° 0,893
 Anilinpunkt (ber.) -15,2°
 Siedekurve:
 Siedebeginn: 167°
 10 Vol.% Punkt 178°
 20 " " 183°
 30 " " 188°
 40 " " 191°
 50 " " 196°
 60 " " 203°
 80 " " 212°
 80 " " 227°
 90 " " 250°
 95 " " 269°

01027

Endpunkt: 283°/98,0 %
 Rückstand 1,5 %
 Verlust 0,5 %

Wasser-Untersuchungen:

Abstreiferwasser (gr/Ltr)

NH₃ 14,8
 Cl 0,018
 Fe 0,019
 Phenole -

Gas-Untersuchungen:

	Armgas	Reichgas	Abstreifer(gr/kg)
CO ₂	0,5	0,7	0,196
H ₂ S	0,1	2,0	0,293
NH ₃	-	-	0,002
CmHn	0,2	-	-
O ₂	0,0	0,0	-
CO	0,3	1,1	0,030
H ₂	68,3	7,9	0,010
N ₂	6,4	3,3	-
Zu	17,6	-	-
KW	24,2	-	-
C.-Z.	1,73	-	-
C ₁	-	12,8	-
C ₂	-	24,8	1,06
C ₃	-	26,2	6,73
C ₄	-	10,1	12,43
C ₅	1,8	3,1	-

Verteiler:

Dr. Wissel
 Dr. Schmitt → D.I. Damm - *Dr. Hues*
 Dr. Diepenbruck → Dr. Huthwelker
 BL (3x)

Dr. Schmitt
 Dr. Diepenbruck
 Dr. Huthwelker
 Dr. Hues

01028

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 25.4.41. Sr
Bl/Mft

Ausführliche Untersuchung der Produkte von Kammer 3

(Momentprobe vom 30.3.41 7⁰⁰)

Ausgangsprodukt: R 401/6 sm + Rückführung (30:70)

Frischprodukt:

Spez.Gew./15⁰
Siedekurve
Beginn
10 %
20 %
30 %
40 %
50 %
60 %
70 %
80 %
90 %
95 %
Endpunkt/%

Bag Target
0,981
-30/4.13
178⁰
220⁰
231⁰
237⁰
247⁰
258⁰
272⁰
287⁰
300⁰
317⁰
325⁰
338⁰/98%

Einspritzgemisch:

Spez.Gew./15⁰
Anilinpunkt
Siedekurve
Beginn
-200⁰
-225⁰
-250⁰
-275⁰
-300⁰
-325⁰
Endpunkt/%
Phenole

0,934
-13,5⁰
182⁰
22,5 %
47,5 %
66,5 %
80,0 %
91,0 %
98,0 %
329⁰/98,5%
1,3

180-210⁰
210-230⁰
240-270⁰
280-310⁰

Spez.Gew.
0,883
0,904
0,946
0,992

A.P.
-13,8⁰
-19,5⁰
-26,9⁰ (ber.)
-37,9⁰ (ber.)

Elementaranalyse:

% C 87,90
% H 10,23
% O 1,55
% N 0,23
% S 0,09
gr H/100 C 11,63
H disp. 11,34

01029

Abstreiferprodukt:

Spez. Gew./15°	0,872
Anilinpunkt	-12,5°C
Siedekurve (Vol.%)	
Beginn	53°C
- 70°C	1,0%
- 100°C	4,0%
- 120°C	7,0%
- 140°C	12,0%
- 165°C	20,5%
- 180°C	29,0%
- 200°C	51,0%
- 225°C	74,0%
- 250°C	85,5%
- 275°C	92,5%
- 300°C	96,0%
Endpunkt/%	321/97%
Rückstand	1
Kond. Gas	1,5
Verlust	0,5

BGR
Tarect
-30/4.13

Elementaranalyse

% C	87,00
% H	10,85
% O	0,12
% N	0,007
% S	0,023
gr H/100 C	12,19
H disp.	12,12

Abstreiferbenzin bis 165°C (stabilisiert):

Ausbeute	20,6 Gew.%
Klopfwert (M.M.)	79,2
" + 0,12% Pb	90,9
Spez. Gew./15°	0,796
Siedekurve	
Beginn	40°C
- 70°C	7,0%
- 80°C	13,0%
- 90°C	22,0%
- 100°C	38,0%
- 110°C	53,0%
- 120°C	65,0%
- 130°C	75,0%
- 140°C	83,0%
- 150°C	89,0%
- 160°C	93,5%
Endpunkt/%	174/98%
Rückstand	1
Verlust	1
Dampfdruck/37,8°	0,41
Anilinpunkt I	-8,0°C
Anilinpunkt II	+48,3°C

01030

Ungesättigte+Aromaten	53,0 Vol.%
Naphthene	36,5 "
Paraffine	10,5 "
Jodzahl (n.Hanus)	ca. 3
% C	88,30
% H	11,60
gr H/100 C	13,14

Mittelöl 165°

Spez. Gew./15°	0,904
Anilinpunkt	-12°
Siedekurve	
Beginn	176°
-180°C	6,0 %
-200°C	47,0 %
-225°C	72,0 %
-250°C	85,0 %
-300°C	96,5 %
Endpunkt/%	324°/98,5%
Rückstand	1,0
% C	89,00
% H	10,84
gr H/100 C	12,18

Abstreiferwasser

Phenole	20 mgr/Ltr
NH ₃	20,2 gr/Ltr
Cl	4 mgr/Ltr
Fe	19 mgr/Ltr

01031

Gasuntersuchungen 30.4./1.5.41.

Produkt Probe Nr.	Kreislaufgas		Aringas 635	Reichgas 636	
	Eingang 637	Ausgang 638			
CO ₂	0,4	0,5	0,1	0,1	
H ₂ S	0,0	0,0	0,0	0,0	
H ₂	90,5	86,6	68,5	30,8	
N ₂	4,5	5,6	5,5	2,6	
CH ₄	1,2	1,3	2,1	0,4	
C ₂ H ₆	2,3	4,3	18,4	24,9	
C ₂ H ₄	0,4	0,3	0,0	0,0	
C ₃ H ₈	0,6	0,8	3,5	22,4	
C ₃ H ₆	0,0	0,0	0,0	0,0	
i.C ₄ H ₁₀	}		0,5	13,9	
i.C ₄ H ₈		0,1	0,5	0,0	0,1
n.C ₄ H ₁₀				1,3	2,9
n.C ₄ H ₈				0,0	0,0
C ₅ + H ₂		0,0	0,1	0,1	1,9

Verteiler:

Dr. Schmitt
 D. I. Daam
 Dr. Diepenbruck
 Dr. Berger
 Dr. Huthwelker
 Dr. Montfort
 Dr. Kreuzfeldt
 D. I. Frühwirth
 Dr. Getringhaus

F. Schmitt
frühwirth
G. Pfeiffer

01032

BAG No. 1

30/4.13

III, H. F. Plant

Moo Bierbaum

01036

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 20. Juli 1943 M
DHD/Stf.

Streng vertraulich!
Nur zum Gebrauch der
Hydrierwerke Pölitz
bestimmt.

Bag Target
1 30/4.13

Herrn
Direktor Dr. Wisäsl.

Betr.: HF-Anlage Moosbierbaum.

In Moosbierbaum bei Wien wurde am 8. und 9. Juli 1943 die dortige HF-Anlage besichtigt, die am 16. 7. 1943 ein Jahr in Betrieb war. Roh- und Fertigprodukte.

Die Anlage erzeugt 5000 moto HF-Benzin aus ungarischem und rumänischem Autobenzin. Letztere haben folgende Eigenschaften:

Rohbenzin:
Siedeverlauf : 50 - 175°C
- 100°C : 25 - 30 Vol. %
Paraffinkohlenwasserstoffe 40-50 Vol. %.

Es wird besonders gefordert, dass die Rohbenzine genügend Anteile bis 100°C besitzen.

In der Vordestillation werden aus dem Rohbenzin 10 Vol. % an Vorlauf abgeschnitten - Siedeendpunkt etwa 90°C. Der Rückstand der Destillation wird in der Ofenanlage auf einen Abstreifer mit einem Anilinpunkt von -13°C gefahren (direkt bestimmt). Dieser enthält 63 Vol. % an Aromaten. Er wird bei 10 atm stabilisiert. Das dabei anfallende Gas wird als Treibgas abgegeben. Der stabilisierte Abstreifer wird mit Lauge gewaschen, mit etwa 3/4 Gew. % konzentrierter Schwefelsäure raffiniert und mit Lauge und Wasser nachbehandelt. Dann wird er unter Lauge- und Ammoniakzusatz in der Redestillation in Benzin und Rückstand zerlegt.

Etwa 3 Gew. % fallen als Rückstand an. Dieser ist flüssig, von roter Farbe, enthält etwa 95 % an Aromaten und wird einem Dieselöl zugemischt. Das Benzin der Redestillation wird mit dem Vorlauf der Vordestillation vereinigt und gibt das fertige HF-Benzin, das etwa folgende Eigenschaften besitzt:

HF - Benzin
-100°C 30 - 35 Vol. %
-165°C 95 " "
Dampfdruck 0.5 atm
Aromaten 55 - 56 Vol. %

Wenden!

01034

Bag Target

Jodzahl

etwa 12 (enthält Inhibitor)

Farbe:

wasserklar

Die Überladekurve ist bei $\lambda = 0.8$ eben ausreichend und liegt bei $\lambda = 1.1$ um 0.5 - 1.5 pme über dem Eichwert des C_3H_8 Kraftstoffes. Die Überladeprüfungen werden von der Prüfstelle Travemünde durchgeführt. Die Schwierigkeit, die Überladekurve im fetten Gebiet zu erreichen, tritt besonders ein, wenn im Rohbenzin zu wenig tiefsiedende Kohlenwasserstoffe vorhanden sind.

HF - Anlage.

Diese umfasst die Ofenanlage einschl. Maschinenraum und Bedienungsgang, die Raffinationsanlage und die Destillation. Insgesamt werden 168 Gefolgschaftsmitglieder beschäftigt, wovon 100 in der Ofenanlage, 17 im Laboratorium und die restlichen in der Destillation und der Raffination tätig sind.

Ausrüstung:

Auffallend für die Ofen-Anlage sind die 6 kurzen, gedrungenen Öfen, die frei in einer Reihe auf Betonsockeln stehen. Die Öfen haben Birnenform und sind fast so breit wie hoch. Jeder fasst $7 \frac{1}{2} m^3$ Kontakt, der in einem Feld angeordnet ist. Verwendet werden 3 Arten von Kontakt.

Der Kontakt A besteht aus aktiver Tonerde, getränkt mit 5 % Molybdänsäure. Er hat Kugelform und ist weniger aktiv. Der Kontakt B basiert auf einer besonders aktiven Tonerde, die ebenfalls 5 % Molybdänsäure enthält. Er hat Würfelform von 8 - 10 mm Kantenlänge und weist mittlere Aktivität auf. Besonders aktiv ist der Kontakt C, ebenfalls würfelförmig, der sehr aktive Tonerde enthält, die mit 10 % Molybdänsäure getränkt ist. Die Öfen I und II sind mit gleichen Anteilen der Kontakte A, B und C gefüllt. Die Öfen III und IV enthalten nur die Kontakte B und C und die Öfen V und VI nur den Kontakt C.

Jeder Ofen ist mit 8 Heissventilen ölgesteuerte SK-Schieber der Firma Schäfer & Buddenberg - ausgerüstet. Jeweils 2 hintereinander geschaltete Heissventile befinden sich in den zwei Eingangsleitungen am Kopf und den zwei Ausgangsleitungen am Fuss eines Ofens. Durch sie werden die Öfen I, III und V oder die Öfen II, IV und VI, jeweils als Gruppe, entweder mit dem Produktionskreislauf oder mit dem Regenerationskreislauf verbunden.

Weiterhin auffallend sind die grossen, isolierten Verbindungsleitungen von 300 mm Durchmesser, die hochentwickelte Automatik, mit der die Anlage - 47 Takte - gefahren wird und zwei nach dem Prinzip der Erdöldestillation erbaute Ofenhäuser. Letztere sind gasgefeuerte Röhren-erhitzer, die das Produkt in zwei parallelen Rohrsträngen durchfliesst.

01035

Die Rohre haben einen Durchmesser von 135 mm.

Im Maschinenraum stehen 3 Gas-Umlaufpumpen mit Riemenantrieb, die von 15 auf 25^{atm} drücken. Die grössere leistet 9500 m³/h und die anderen beiden je 4500 m³/h. Zur Einspritzung des Produktes werden Kreiselpumpen von 15 m³/h Leistung verwendet, die ohne Rückentspannung gefahren werden und sich gut bewährt haben sollen. Ferner enthält der Maschinenraum zwei hochoberige Gebläse, die 13 000 m³ Gas stündlich umwälzen, jedoch sehr undicht sind. Weiter sind zwei stehende Zweistufenverdichter mit je 1500 m³/h Leistung vorhanden, in denen sowohl Luft wie Inertgas oder Überschussgas verdichtet werden.

Verfahrensgang:

Bei dem Verfahren läuft jeweils eine Ofengruppe, die dann mit dem Produktionskreislauf verbunden ist, für etwa 10 Stunden auf Dehydrierung, während die zweite Ofengruppe, mit dem Regenerationskreislauf verbunden, gleichzeitig in Regeneration steht, die etwa 9 Stunden benötigt. Zu Ende und zu Beginn der Regeneration laufen für etwa 1/2 Stunde beide Ofengruppen auf Dehydrierung.

Dehydrierung:

Bei der Dehydrierung werden stündlich 9500 m³ Kreislaufgas mit einem Druck von 25 atm ins System gepumpt, dem 15 m³ an Schwerbenzin, das durch eine Kreiselpumpe gefördert wird, zugemischt wird. Produkt und Gas durchströmen 3 horizontal gelegene Wärmeaustauscher, wie sie bei Erdöldestillationen Anwendung finden. Anschliessend geht das Gemisch in den Hauptvorheizer. Dieser, ein Röhrenerhitzer, wie er bei Destillationen und Krackanlagen üblich ist, enthält 270 Rohre, von je 6.75 m Länge und einem Durchmesser von je 135 mm. Die Rohre haben eine Gesamtlänge von 1800 m und sind in zwei Parallelsträngen angeordnet. Den Hauptvorheizer verlassen die Produkte mit einer Temperatur von 28 mV.

Anschliessend durchströmen sie den ersten Dehydrierofen, in dem ein Temperaturabfall von etwa 3 mV auftritt. Dann wird die Temperatur der Produkte in einem zweiten Röhrenerhitzer gleicher Konstruktion, der 60 Rohre von insgesamt 400 m Länge besitzt, auf eine Temperatur von 28.2 mV gebracht. In einem zweiten Dehydrierofen, der anschliessend durchströmt wird, beträgt der Temperaturabfall etwa 1.5 mV. Der dritte Röhrenerhitzer, ebenfalls aus 60 Röhren bestehend, liegt mit dem zweiten in einem Ofenhaus. In ihm wird die Temperatur der Produkte auf 28.3 mV gebracht, die dann in den dritten Ofen eintreten. In diesem - dem letzten Dehydrierofen - treten stärkere exotherme Reaktionen auf. Am Ausgang liegen die Temperaturen um 0.5 - 1.5 mV höher als am Eingang. Auch nimmt dieser Temperaturanstieg während der 10 Stunden

der

Die Rohre haben einen Durchmesser von 135 mm.

Im Maschinenraum stehen 3 Gas-Umlaufpumpen mit Riemenantrieb, die von 15 auf 25^{atm} drücken. Die grössere leistet 9500 m³/h und die anderen beiden je 4500 m³/h. Zur Einspritzung des Produktes werden Kreiselpumpen von 15 m³/h Leistung verwendet, die ohne Rückentspannung gefahren werden und sich gut bewährt haben sollen. Ferner enthält der Maschinenraum zwei hochoberige Gebläse, die 13 000 m³ Gas stündlich umwälzen, jedoch sehr undicht sind. Weiter sind zwei stehende Zweistufenverdichter mit je 1500 m³/h Leistung vorhanden, in denen sowohl Luft wie Inertgas oder Überschussgas verdichtet werden.

Verfahrensgang:

Bei dem Verfahren läuft jeweils eine Ofengruppe, die dann mit dem Produktionskreislauf verbunden ist, für etwa 10 Stunden auf Dehydrierung, während die zweite Ofengruppe, mit dem Regenerationskreislauf verbunden, gleichzeitig in Regeneration steht, die etwa 9 Stunden benötigt. Zu Ende und zu Beginn der Regeneration laufen für etwa 1/2 Stunde beide Ofengruppen auf Dehydrierung.

Dehydrierung:

Bei der Dehydrierung werden stündlich 9500 m³ Kreislaufgas mit einem Druck von 25 atm ins System gepumpt, dem 15 m³ an Schwerbenzin, das durch eine Kreiselpumpe gefördert wird, zugemischt wird. Produkt und Gas durchströmen 3 horizontal gelegene Wärmeaustauscher, wie sie bei Erdöldestillationen Anwendung finden. Anschliessend geht das Gemisch in den Hauptvorheizer. Dieser, ein Röhrenerhitzer, wie er bei Destillationen und Crackanlagen üblich ist, enthält 270 Rohre, von je 6.75 m Länge und einem Durchmesser von je 135 mm. Die Rohre haben eine Gesamtlänge von 1800 m und sind in zwei Parallelsträngen angeordnet. Den Hauptvorheizer verlassen die Produkte mit einer Temperatur von 28 mV.

Anschliessend durchströmen sie den ersten Dehydrierofen, in dem ein Temperaturabfall von etwa 3 mV auftritt. Dann wird die Temperatur der Produkte in einem zweiten Röhrenerhitzer gleicher Konstruktion, der 60 Rohre von insgesamt 400 m Länge besitzt, auf eine Temperatur von 28.2 mV gebracht. In einem zweiten Dehydrierofen, der anschliessend durchströmt wird, beträgt der Temperaturabfall etwa 1.5 mV. Der dritte Röhrenerhitzer, ebenfalls aus 60 Röhren bestehend, liegt mit dem zweiten in einem Ofenhaus. In ihm wird die Temperatur der Produkte auf 28.3 mV gebracht, die dann in den dritten Ofen eintreten. In diesem - dem letzten Dehydrierofen - treten stärkere exotherme Reaktionen auf. Am Ausgang liegen die Temperaturen um 0.5 - 1.5 mV höher als am Eingang. Auch nimmt dieser Temperaturanstieg während der 10 Stunden

der

Bag Target

1 -30/4.13

Aromatisierungsperiode zu.

Die Anlage wird so gefahren, dass die Eingangstemperaturen aus dem zweiten und dritten Ofen während der Produktionsperiode ständig steigen. Es werden Abstreiferproben nach jedem Ofen genommen, die auf Anilinpunkt untersucht werden. Dieser liegt nach Ofen I bei 30°C , nach Ofen III bei 10°C . Den letzten Aromatisierungs-ofen verlassend, durchlaufen die Produkte einen Dampferhitzer, der stündlich etwa 4 to 18 atm Dampf liefert. Dieser wird demnächst durch einen Hochdruckregenerator ersetzt.

Anschliessend treten die Produkte in drei Wärmeaustauscher und nach diesen in zwei horizontale Wasserkühler und dann in den stehenden Abstreifer. Der Druck am Abstreifer beträgt 15 atü. Von hier wird das Flüssigprodukt direkt zur Stabilisierungskolonie gedrückt und das Kreislaufgas den Umlaufpumpen zugeführt. Ein Teil des Gases, das Überschussgas, wovon stündlich etwa 3000 m^3 anfallen, wird entweder zum 3000 m^3 Überschussgasbehälter geschickt oder zu dem gleich grossen Heizgasbehälter. Von letzterem wird das Gas zur Beheizung der Ofenhäuser entnommen. Bis jetzt hat die Anlage 525 Produktionsperioden durchlaufen.

Regeneration.

Nach beendeter Dehydrirung wird das Produkt auf die zweite Ofengruppe gefahren. Die mit Polymer beladenen Kontakte der Ofen werden für 1 Stunde mit Kreislaufgas gespült, um den Kontakt zu trocknen. Das hierbei anfallende Benzin wird in einem getrennten Abstreifer aufgefangen und beträgt etwa $1/2\text{ m}^3$. Dann wird das Kreislaufgas durch Regenerationsgas verdrängt, das mittels der Verdichter aus dem Regenerationsbehälter entnommen und auf Druck gebracht wird. Hat es eine Dichte von 1.2 erreicht, so wird es mittels zwei schnell laufender Gebläse über den Regenerationskreislauf durch die Ofen gefahren. Der Regenerationskreislauf enthält 6 stehende Wärmeaustauscher und anschliessend einen gasgefeuerten Schlagenerhitzer. Der Gastrom tritt dann in den ersten Ofen ein, Luft wird vor dem Erhitzer zugesetzt. Nach dem ersten Ofen durchfliesst das Gas einen Dampferhitzer. Anschliessend wird weiterhin Luft zugesetzt und das Gas in den zweiten Ofen geschickt. Diesem ist ebenfalls ein Dampferhitzer nachgeschaltet. Die in beiden erzeugten Dampfmenngen sind äusserst gering. Dann tritt das Gas, dem wieder Luft zugemischt wird, in den dritten Ofen. Diesen verlassend, durchströmt das Gas die Wärmeaustauscher und tritt anschliessend mit einer Temperatur von 100°C in einen Rieselturm. In diesem fliesst ihm Wasser entgegen, dem neuerdings, da hier stärkere Korrosionen

01038

Korrosionen auftraten, Lauge zugesetzt wird. Über einen Abstreifer ein das Gas den Gebläsen zugeführt. Die Gebläse sind stark undicht und verlieren stündlich etwa 500 m³ Gas. Das Abbrennen der Öfen geschieht bei Temperaturen von 22 - 29 mV. Zuerst wird der dritte Ofen gezündet, für den etwa 6 Stunden zum Abbrennen nötig sind. Kurz danach wird der zweite Ofen regeneriert, der 4 Stunden benötigt. Zum Schluss wird auf den dritten Ofen Luft gegeben. Dieser braucht zur Regeneration etwa 2 Stunden. Der Sauerstoff-Überschuss während der gesamten Regeneration liegt bei 0.2 %. Nachdem alle Öfen abgebrannt sind, wird 1 Stunde lang mit einem Sauerstoff-Überschuss von 5 % nachregeneriert. Von dem Regenerationsgas wird, so lange dieses nur 0.2 % O₂ enthält, ein Teil in einem 3000 m³ Gasometer gestapelt.

Das Inertgas wird nach der Regeneration aus der Apparatur durch Überschussgas verdrängt, das dem entsprechenden Gasometer entnommen und durch die beiden Verdichter auf Druck gebracht wird. Beträgt die Dichte des Kreislaufgases etwa 0.55, so wird die regenerierte Ofengruppe auf Dehydrierung geschaltet.

Vergasung:

Die Anlage läuft mit einer Kontaktbelastung von 0.5 kg/Ltr./h. Für ein rumänisches Rohbenzin mit 50 Vol.% an Paraffinkohlenwasserstoffen, das eine Einspritzung mit etwa 46 Vol.% an Paraffinkohlenwasserstoffen gibt, soll die Gasbildung 20 Gew.% betragen, bezogen auf C₄ freies Rohbenzin. Der Anfall an Koks liegt bei 0.4 Gew.% der Einspritzung. Somit ergibt ein Rohbenzin, das 1 Gew.% an gasförmigen Kohlenwasserstoffen enthält, folgende Ausbeute :

HF - Benzin	750 to
Polymerflüssigprodukte	30 to
Koks	4 to
Gas- und Verlust	212 to.

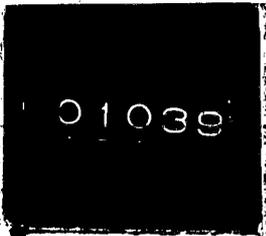
In der DHD-Anlage Pölitz ist für solch ein Benzin eine Gasbildung von 18.5 Gew.% zu erwarten, so dass die Vergasung der HF-Anlage um etwa 1 1/2 Gew.% höher liegt als in der DHD-Anlage.

Entwicklungsarbeiten:

Die Entwicklungsarbeiten zielen besonders darauf ab, die Vergasung der HF-Anlage zu verringern und die Periodendauer zu verlängern. Es soll das Kreislaufgas während der Aromatisierung gewaschen werden, um den Wasserstoff-Partialdruck zu erhöhen und den Koksanfall herabzusetzen. Eine Verlängerung der Fahrperiode wird dadurch erhofft.

Statt drei Öfen in einer Gruppe zu fahren, wird in der zweiten HF-Anlage, die zur Zeit in Bau ist, nur ein Ofen mit einem Kontaktvolu-

men



Bag Target

1 - 30/4.13

volumen von $7 \frac{1}{2} \text{ m}^3$ eingesetzt. In diesem, dem sogenannten Röhrenofen, soll durch direkte Beheizung der Temperaturabfall während der Reaktion vermieden werden. Durch den Röhrenofen wird eine Herabsetzung der Gasbildung und eine Verlängerung der Produktionsperiode auf etwa 18 Stunden erwartet.

Ferner hat man in der zweiten HF-Anlage auf den Regenerationskreislauf verzichtet. Jeder Röhrenofen ist nur mit einem Kreislauf, wie bei der DHD-Anlage, verbunden.

Auswertung:

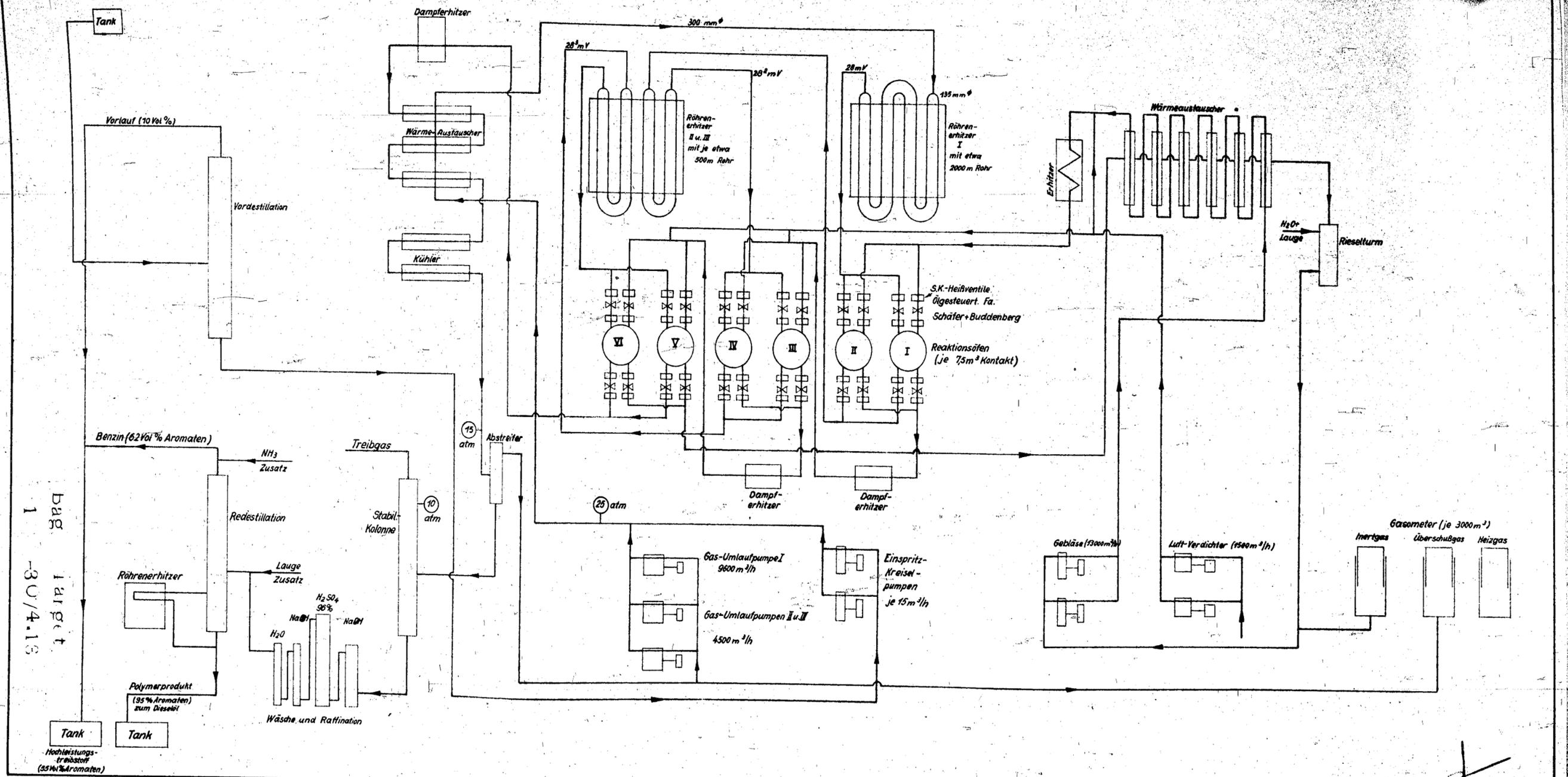
1. Die HF-Anlage verarbeitet Destillatbenzin aus Erdölen und ist nicht mit einer Hydrieranlage gekuppelt. Sie hat sich bewusst in ihrer Konstruktion den Erdölraffinerien genähert. Statt eines Wälzgasvorheizers, wie ihn unsere DHD-Kammer mit 30 Haarnadeln von insgesamt 540 m Länge aufweist, verwendet die HF-Anlage zwei Ofenhäuser mit Röhren von insgesamt 2600 m Länge. Dies macht die HF-Anlage in der Einhaltung der Reaktionstemperaturen wenig beweglich und fordert eine möglichst gleichbleibende Qualität der Einsatzprodukte.
2. Um die Vergasung tief zu halten, wird in der HF-Anlage bei Drücken von 15 - 25 atm gearbeitet. Die Produktionsperioden dauern nur 10 Stunden. Die kurzen Produktionszeiten, die ein optimales Fahren der Anlage ausserordentlich erschweren, verringern die Produktion pro m^3 Kontakt.
Benötigt die HF-Anlage 45 m^3 Kontakt für 5000 moto Benzin, so erzeugt die DHD-Anlage Pölitz mit 64 m^3 Kontakt 15 000 moto Benzin. Es werden somit für 1000 moto Benzin 9 bzw. 4.8 m^3 Kontakt benötigt. Da dies nur ein Masstab für die damit verbundene geringere Ausnutzung der gesamten Anlage ist und die Amortisation ein beträchtlicher Teil der Betriebskosten ist, werden die Betriebskosten des HF-Prozesses höher sein als die des DHD-Prozesses.
Trotz des tieferen Druckes liegt die Gasbildung in der HF-Anlage über der unserer DHD-Anlage, wofür auch der höhere Koksanfall spricht.
3. Die Entfernung der leicht polymerisierenden Produkte aus dem aromatisierten Benzin wird nicht wie beim DHD-Prozess durch Hydrierung, sondern durch Schwefelsäureraffination vorgenommen. Dies fordert einen zusätzlichen Verbrauch an Schwefelsäure und Lauge und einen erhöhten Einsatz an Arbeitskräften.
4. Um ein Produkt mit ausreichender Überladekurve zu erzeugen, stellt die HF-Anlage an die Qualität des Rohbenzins verschärfte Bedingungen. Das Rohbenzin muss ausreichende Anteile an tiefsiedenden Kohlenwasserstoffen besitzen, damit die Überladekurve im fetten Gebiet erreicht wird. Das HF-Benzin enthält 55 - 56 Vol.-% an Aromaten und hat einen Dampfdruck von 0.5 atm.

gez. Steffen

01040

Schema der HF-Anlage Moos-Bierbaum, Juli 1943.

Durchsatz 12 Stuto Rohbenzin aus Erdölen. Erzeugung 5000 moto HF-Benzin.



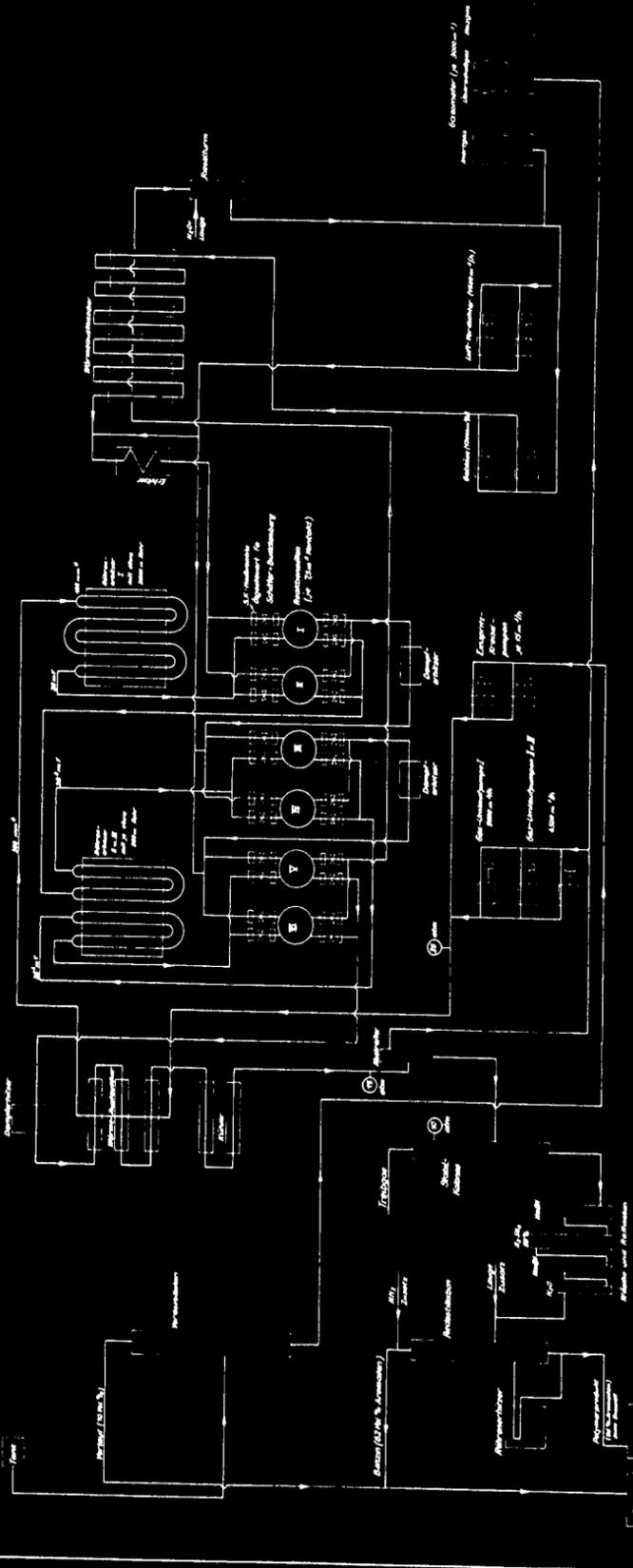
Bag 1 argit
 1-30/4.13

He. 24.43.
 20.7.43.

01041

Schema der HF-Anlage Moos-Bierbaum, Juli 1943.

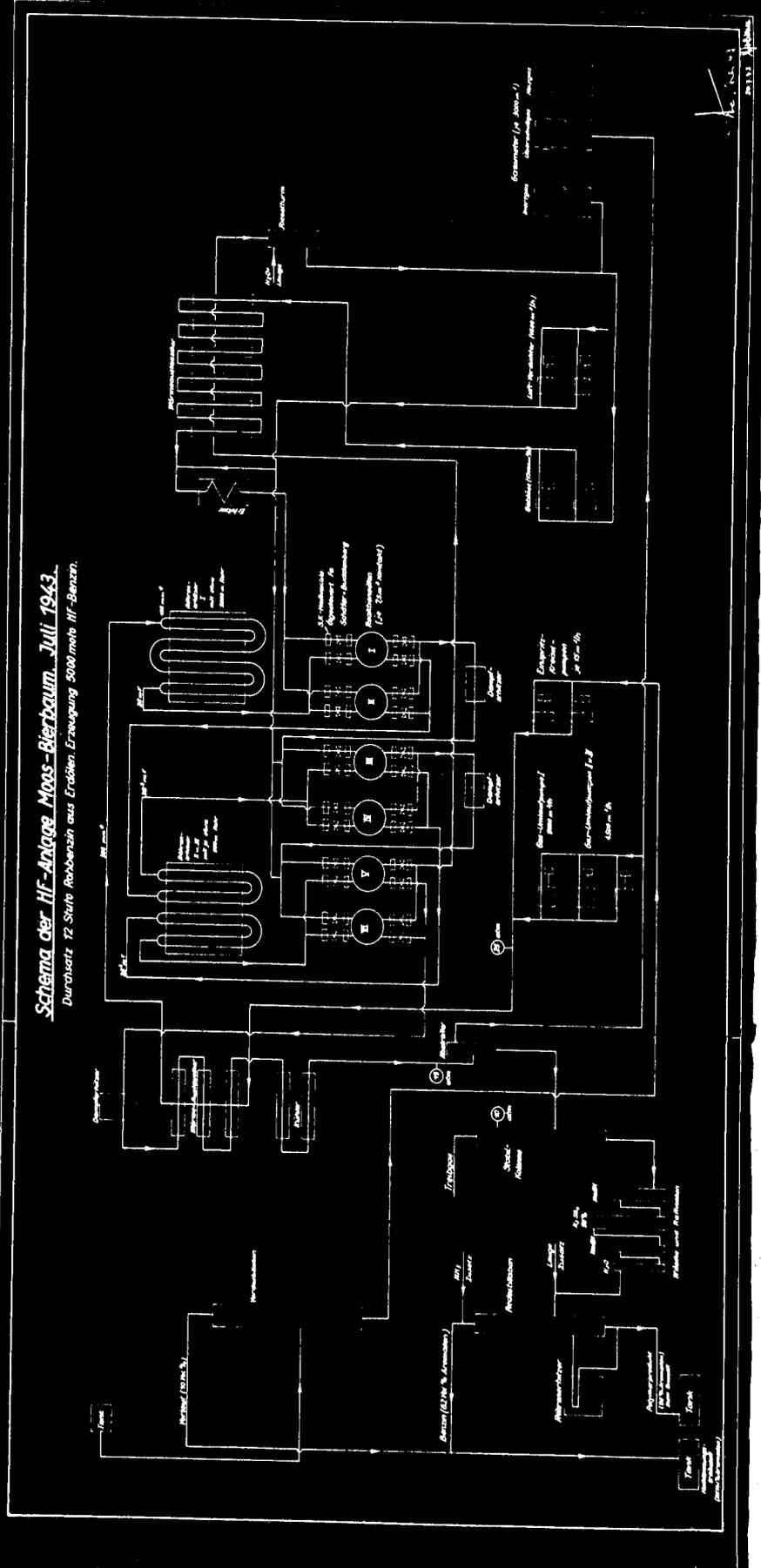
Durchsatz 12 Stube Rohbenzen aus Erzfällen Erzeugung 5000 m³ HF-Benzol.



01042

Schema der HF-Anlage Moos-Bierbaum, Juli 1943.

Durchsatz 12 Sten Robbenstein aus Erdblei. Erzeugung 5000 mels HF-Benzin.



01043

BAG No. 1

30/4.13

IV. Thermal
Cracking

21044

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 8. Juni 1943 Mo.
DHD/stf.

Herrn
Dr. Schmitt.

Wu 1307/4.13 1
Target Bag

Betr.: Schwerölspaltung.

Zusammenfassung:

Die Krackung von Abstreifer-Schweröl, erhalten aus Erdölprodukten, ist durchführbar. Dagegen liegen Erfahrungen über die Krackung von Abstreifer-Schweröl aus Kohle nicht vor. Es besteht jedoch grosse Wahrscheinlichkeit, dass auch dieses in Mittelöl gespalten werden kann. Darüber dürften Kleinversuche Klarheit geben.

Ausführung:

Abstreifer-Schweröl, ein Produkt der Kohle- bzw. Sumpfasehydrierung, entsteht bei der Destillation des 700 atm Sumpfase-Abstreifers. Nach Abtrennung des Benzins und Mittelöles wird es als Rückstand erhalten. Die ersteren gehen zur Vorhydrierung und Benzinierung und werden dort durch Hydrierung und Spaltung in Benzin umgewandelt. Dagegen wird das Schweröl zur Sumpfasekammer zurückgeschickt, um dort durch verlängerte Verweilzeit bei 700 atm weiter hydriert und zu Mittelöl gespalten zu werden.

Bei einer 700 atm Kohlekammer, die auf Benzin und Mittelöl gefahren wird, beträgt der Anfall an Schweröl etwa das 1,5fache des Anfalles an Benzin und Mittelöl und erreicht bei erhöhtem Durchsatz und bewusst auf Schwerölerzeugung fahrend ein Vielfaches dieses Wertes. In der 700 atm Sumpfasekammer ist die Hydrierung gut, die Spaltung gering. Dies wirkt sich besonders bei der Verarbeitung von Erdölprodukten aus, die an und für sich schon wasserstoffreich sind.

Soll dieses Schweröl nicht zur Kammer zurückgeführt werden, so bieten sich zwecks Umwandlung des Schweröles in Mittelöl und Benzin zwei Wege: Der erste besteht in der Hydrierung und anschließenden Spaltung. Dies kann in der gleichen Kammer durch Rückführung oder in einer zweiten 700 atm Kammer über fest angeordnetem Kontakt erfolgen. Die zweite Möglichkeit ist die, das Schweröl zuerst in ein wasserstoffarmes Mittelöl zu spalten und dieses dann in der Gasphase zu hydrieren und zu benzinieren.

Somit entsteht die Frage, kann Schweröl der Sumpfasekammer durch Krackung in Mittelöl umgewandelt werden, wobei möglichst eine Koksbildung ausgeschaltet werden soll.

b.w.

01045

Bag Target
1 -30/4.13

- 1.) Spaltung von Abstreifer-Schweröl aus rumänischem Erdöl.
Ein Abstreifer-Schweröl der Kammer 11 v. 24. 9. 1942 hatte folgende Eigenschaften:

d_{20} 0.902
Siedepunkt bei 10 mm Quecksilber Beginn 233°C

10 Vol.%	-	245
30 "	"	257
50 "	"	269
70 "	"	286
90 "	"	325

Das entspricht bei einem Druck von 760 mm Quecksilber einem Siedebereich von 385 - 500°C.

In einer Tube & Tank Krackanlage wurden Produkte bei Temperaturen von 640 - 905° Fahrenheit und Drucken von 300 Pfd verarbeitet, die folgende Eigenschaften besaßen:

d_{20} 0.90
Siedeverlauf: 35 % unter 300°C siedend.

Weitere Erfahrungen liegen vor über die Krackung von Rückstandsöl mit einem Siedebeginn von 300°C und spez. Gewichten bis zu 0.950. Abstreifer-Schweröl aus Erdöl ist für die Krackung geeignet.

- 2.) Spaltung von Abstreifer-Schweröl aus Kohle, Pech und Bräcker Teer. Abstreifer-Schweröl aus obigen Produkten, die im März und April 1943 erzeugt wurden, siedeten bei normalem Druck zwischen 310 und 470°C und hatten spez. Gewichte von 1.0 - 1.04. Produkte dieser Art sind bisher in Krackanlagen nicht verarbeitet worden. Man zieht sogar Produkte mit spez. Gewichten von 1.0 und höher und über 370° siedend als Rückstand ab, um die Koksbildung auszuschalten. Auch hat man davon abgesehen, aromatische Extrakte, wie sie bei der selektiven Extraktion anfallen, in die Krackanlage zu schicken. Dies besagt jedoch nicht, dass obige Produkte der Hydrierung nicht erfolgreich in Mittelöl gespalten werden können.

Beim Abstreifer-Schweröl aus Kohle handelt es sich analog wie beim Abstreifer-Schweröl aus Pech um teilweise hydrierte Aromaten. Chrysen mit einem Siedepunkt von 450°C

Bag Target

besteht aus 4 Benzolringen und enthält 5.5 gr. Wasserstoff auf 100 gr. Kohlenstoff. Werden diesem Chrysen 6 Wasserstoff-Atome angelagert, so entsteht ein Produkt, das für 100 gr. Kohlenstoff rund 8.3 gr. Wasserstoff aufweist. Dies entspricht etwa dem Wasserstoff-Gehalt des Abstreifer-Schweröles aus Kohle.

Ein Hexahydro Chrysen dürfte durch Spaltung in Anthracen und Naphtalinderivate überzuführen sein, da die durch Wasserstoff abgesättigten Kohlenstoffatome des Benzolringes, wie aus dem Verhalten von Tetralin hervorgeht, leicht aufspalten. Erdölprodukte von hohem Siedepunkt und spez. Gewichten von über 1.0 dürften in der Zusammensetzung anders beschaffen sein.

Es ist daher sehr wahrscheinlich, dass Schweröle aus Kohle auch in Abwesenheit von Wasserstoff in Mittelöl gespalten werden können. Eine Kleinapparatur zur kontinuierlichen Kreckung kann mit vorhandenen Mitteln in kurzer Zeit erstellt werden. Diese dürfte schnelle Klarheit über den Vorgang bringen.

gez: Steffen

01047

Aktenvermerk

Bag Target

Betr.: Spritzkorn und Kohlemahlung

1 -30/4.13

Zusammenfassung:

Im März war der Spritzkorn-Anfall von 26 tato beträchtlich. Seine Ursache liegt in einer schlechten Kohlemahlung. Die Mahlfeinheit auch der unter 1 mm großen Anteile der Kohle verschlechtert sich mit steigender Spritzkormenge und setzt die Hydrierfähigkeit der Kohle herab. Eine Verminderung, möglichst sogar eine Ausschaltung des Spritzkornanfalles, muß daher erwirkt werden.

Die schlechte Kohlemahlung ist durch Überbelastung der Mahlaggregate in den Bauten 270 und 271 bedingt. Von den zwei Systemen im Bau 270 - bestehend aus je einer Hammer- und Schleudermühle - wird selbst bei Durchsätzen von 1600 tato nur eins gefahren. Bei diesen Verhältnissen werden rund 400 tato an Grobkorn in den Schwingsieben des Baues 271 abgefangen und über die Walzenstühle geschickt. Die Überbelastung der Walzenstühle bewirkt, daß das Produkt nach ihnen bis zu 40 % Grobkorn enthält, das nicht abgesiebt wird. Wird auch ein Teil hiervon in den Concentramühlen zerkleinert, so ist doch der Rest beträchtlich, der das Spritzkorn gibt.

Auswertung:

- 1) Zwecks besserer Mahlung ist erforderlich, daß bei Durchsätzen von mehr als 1200 tato zwei Systeme im Bau 270 gefahren werden. Eine Reserve ist wieder verfügbar, sobald die zwei neubestellten Hammermühlen in Betrieb kommen.
- 2) Zur Beseitigung des Spritzkorns ist statt der augenblicklichen Nasssiebung, die Öl-Verluste unvermeidbar macht und ein Produkt gibt, für das keine Verwendung vorliegt, eine Trockensiebung im Bau 271 einzusetzen. Unter allen Umständen muß die Kohle nach den Walzenstühlen gesiebt werden. Zu dem Zweck sind die Produkte nach sämtlichen Walzenstühlen über eines der beiden Schwingsiebe zu schicken, die für die fünfte Kohlekommer neu zur Aufstellung kommen. Das hierdurch abgefangene, grobe Korn wird aus dem System entfernt, und beträgt etwa 2 % der Kohle.

01048

DND/Stf.
Pölitz, den 14. April 1944

Aktenvermerk

Notiz: Spritzkorn und Kohlemahlung

Zusammenfassung:

Im März war der Spritzkorn-Anfall von 26 tafe beträchtlich. Seine Ursache liegt in einer schlechten Kohlemahlung. Die Mahlkorngröße auch der unter 1 mm großen Anteile der Kohle verschlechtert sich mit steigender Spritzkormenge und setzt die Hydratierfähigkeit der Kohle herab. Eine Verminderung, möglichst sogar eine Ausschaltung des Spritzkornanteiles, muß daher erwirkt werden.

Die schlechte Kohlemahlung ist durch Überbelastung der Mahlaggregate in den Bauten 270 und 271 bedingt. Von den zwei Systemen im Bau 270 - bestehend aus je einer Hammer- und Schmelzmühle - wird selbst bei Durchsätzen von 1600 tafe nur eine gefahren. Bei diesen Verhältnissen werden rund 400 tafe an Grobkorn in den Schwanzgabeln des Baus 271 abgezogen und über die Walzenstühle geschickt. Die Überbelastung der Walzenstühle bewirkt, daß das Produkt nach ihnen die an 40 % Grobkorn enthält, das nicht abgestoßt wird. Wird auch ein Teil hiervon in den Gonsentrammühlen zurückgehalten, so ist doch der Rest beträchtlich, der das Spritzkorn gibt.

Auswertung:

- 1) Zwecks besserer Mahlung ist erforderlich, daß bei Durchsätzen von mehr als 1200 tafe zwei Systeme im Bau 270 gefahren werden. Eine Reserve ist wieder verfügbar, sobald die zwei neubestellten Hammermühlen in Betrieb kommen.
- 2) Zur Beseitigung des Spritzkorns ist statt der augenblicklichen Maselung, die Öl-Verluste unvermeidbar macht und ein Produkt gibt, für das keine Verwendung vorliegt, eine Trocknung im Bau 271 einzusetzen. Unter allen Umständen muß die Kohle nach den Walzenstühlen geschickt werden. Zu dem Zweck sind die Produkte nach sämtlichen Walzenstühlen über eines der beiden Schwanzgabeln zu schicken, die für die linke Kohlenkammer nur zur Aufstellung kom-men. Das hierdurch abgezogene, grobe Korn wird aus dem System entfernt, und beträgt etwa 2 % der Kohle.

0104e

Ausführung:

1) Spritzkorn-Anfall und Kohledurchsatz.

Für die letzten 11 Monate wurden der tägliche Durchsatz an Trockenkohle und der tägliche Anfall an Spritzkorn kurvenmäßig aufgenommen. (s. Anlage). Daraus ist zu erkennen, daß der Spritzkornanfall vom Kohledurchsatz abhängt.

Bei Durchsätzen von 800 tato Kohle lag er im Mai und November 43 bei 0.1 Gew. % bezogen auf Kohle. Er betrug somit weniger als eine tato. Bei Durchsätzen von 1200 tato im September, November 1943 und Januar 1944 wurden 4 - 14 tato Spritzkorn erhalten, das sind 0.4 - 1.1 Gew. %. Die großen Schwankungen können dadurch erklärt werden, daß der größte Teil des Spritzkorns zu den Concentramühlen zurückgegeben wird und somit mehrfach gemessen erscheint. Im Sept. 43 und Februar 44 bei einem Durchsatz von 1600 tato wurden 10 bzw. 23 tato Spritzkorn oder 0.6 - 1.5 Gew. % erhalten. Die Werte folgen in Tafel A.

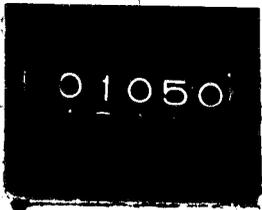
Tafel A

Spritzkornanfall und Kohledurchsatz

Datum:	Durchsatz an Tko tato	Spritzkorn tato	Gew. %
14.-17.5.43	800	0.6	0.07
7.-14.11.43	850	0.9	0.10
20.-24.9.43	1150	7.0	0.60
20.-28.11.43	1150	4.0	0.35
13.-20.1.44	1250	14.0	1.10
8. -15.9.43	1550	10.0	0.65
10.-20.2.44	1550	23.0	1.48

2) Kohleaufbereitung

Um die Ursache für die schlechte Kohlemahlung mit steigendem Durchsatz zu ermitteln, sind die einzelnen Aggregate der Kohleaufbereitung auf ihre Wirkungsweise zu überprüfen. Zu dem Zweck werden drei Betriebszeiten B, C und D mit verschiedenen Durchsätzen gewählt und an Hand von Siebanalysen ausgewertet. Bei jeder Auswertung werden jeweils 5 Tage zu Grunde gelegt, in denen die Fahrverhältnisse konstant waren. Von den hierüber vorhandenen Analysen werden die verwandt, die den Mittelwerten zunächst liegen. Zusätzlich wird eine Betriebszeit E mit einem Durchsatz von 680 tato Trockenkohle als Beispiel für eine besonders gute Mahlung angeführt. Die Siebanalysen sind kurvenmäßig in den Tafeln B, C, D und E wiedergegeben.



Tafel B

Kohlemahlung bei verschiedenen Durchsätzen

Fall	B	C	D	E
Zeit	19.-23.	3.-8.	14.-18.	14.-19.
Kohledurchsatz, tato Tko	7.43 1110	9.43 1560	2.44 1520	2.43 680
" , stuto etwa	45	65	65	30
Spritzkornanfall tato	1.5	5.3	22	0.19
Kohlemahlung:				
Gew. > größer als 1 mm:				
der Naßkohle + Kontakt	63	60	66	72
nach Hammermühle	44	45	51	16
nach Schleudermühle	34	29	39	15
nach Trockner	7	13	28	11
nach Walzenstuhl	23	22	40	2
nach Schwingsieb	15	8	10	16
Systeme in Betrieb im Bau 271	3	4	4	2
" " " " " 270	1	2	1	1

a) Hammer- und Schleudermühle

Die vorgebrochene Kohle wird nach Zusatz des Kontaktes in die Hammermühle und anschließend in die Schleudermühle geschickt. (Siehe Schema der Kohleaufbereitung) Die Hammermühle, für eine stündliche Aufgabemenge von 125 stuto bestellt, soll nach Einbau besonderer Siebe schätzungsweise 90 stuto Kohle von 0 - 20 mm Korngröße auf ein Fertiggut von 0 - 3 mm zerkleinern, das Spritzkörner bis zu 6 mm enthält. Die Schleudermühle ist für 60 stuto Kohle ausgelegt. Es sind 2 Systeme vorhanden, die aus je einer Hammermühle und einer Schleudermühle bestehen. Ein drittes System bestehend aus 2 Hammermühlen ist bestellt und soll beim Aufahren der fünften Kohleammer in Betrieb gehen. Aus den Siebanlagen ist folgendes zu erkennen:

Die Vorbrechung ist bei geringem und hohem Durchsatz gleich. Es werden rund 30 - 35 % der Kohle hierdurch auf eine Korngröße von unter 1 mm zerkleinert, wie ein Vergleich der Fälle C und E zeigt. (Siehe Tafel B).

Die Wirkung der Hammermühle ist vom Durchsatz sehr abhängig. Bei einer Belastung von 30 stuto ist die Mahlung ausgezeichnet und zerbricht 58 % auf unter 1 mm, (Fall E), bei einer Belastung von 45 stuto dagegen 39 %. (Fall B.) Bei einer Belastung von 65 stuto ist die Mahlung schlecht, denn nur 15 % werden auf eine Größe von



unter 1 mm zerkleinert. (Fall D). Eine Belastung von mehr als ³⁰/₅₀ stuto ist somit zu vermeiden. Im Fall C werden die besseren Ergebnisse von 24 % durch Einsatz beider Systeme erzielt.

Eine Schleudermühle zerkleinert bei Durchsätzen von 45 - 65 stuto rund 10 % der Kohle auf unter 1 mm (Fall B und D). Sie ist also von Durchsatz wenig abhängig.

b) Trockner

Die Siebanalysen nach dem Trocknen zeigen, daß nach Entfernung des Wassers eine beträchtliche Verfeinerung des Kohlegutes vorliegt. Wie weit diese durch Mahlvorgänge im Trockner bedingt ist, sei dahingestellt. Im Mittel werden 10 - 15 % an Zerkleinerung im Trockner erreicht. (Fall C und D).

c) Schwingsiebe, Walzenstühle und Konzentrationen.

Die Trocknungsteile wird dem Schwingsieb zugeführt. Jedes der 4 Schwingsiebe enthält ein Vibro-Maschensieb von 1.5 mm Maschenweite, 3 Spalt- bzw. Harfensiebe von 1.0 bzw. 0.8 mm Spaltweite und ein Grobsieb. Die Schwingsiebe sollen bei einer Leistung von 20 stuto Kohle das Korn über 1.2 mm absieben. Bei guter wie bei schlechter Mahlung enthält das Produkt nach den Schwingsieben 8 - 15 % Grobkorn. Nimmt man an, daß tatsächlich das über 1.2 mm große Korn abgefangen zu den Walzenstühlen gelangt, so betragen diese Mengen auf Grund der Kurven in den Fällen B und E rund 55 stuto, im Fall C 170 stuto und im Fall D 350 stuto. Demnach liegen die Belastungen der Walzenstühle maximal bei 90 stuto pro Walzenstuhl.

Bei geringem Durchsatz und gutem Betriebszustand der Walzenstühle - wie im Fall E - ausgezeichnet, sodaß das Produkt nach dem Walzenstuhl nur 2 % an Korn über 1 mm enthält. Bei der hohen Belastung des Falles D enthält das Produkt nach dem Walzenstuhl 40 % an Grobkorn. Schon die Betrachtung der Probe nach dem Walzenstuhl, die ein fast körniges Aussehen bei höheren Durchsätzen hat, zeigt, daß hier das Spritzkorn zu suchen ist. Das Kohlegut nach dem Schwingsieb ist von mehligartiger Beschaffenheit. Mit Erhöhung des Durchsatzes steigen somit die Mengen an Grobkorn, die nach den Walzenstühlen vorliegen. Bei diesen Aggregaten ist eine zu hohe Belastung unbedingt zu vermeiden. Es ist von Vorteil, daß für die beiden für die fünfte Kohlekammer bestimmten Aggregate jedes Schwingsieb mit 2 Walzenstühlen ausgerüstet wird.

Bei der augenblicklichen Betriebsweise ist es nicht möglich, das Grobkorn nach dem Walzenstuhl abzufangen. Diese Forderung muß jedoch unter allen Umständen gestellt werden. Auf diese Weise ist statt der Nasssiebung eine Trockensiebung zur Beseitigung des Spritz-

Bag Target

- 5 -

1 -30/4.13

kornes möglich. Ferner wird dadurch die mit dem vorhandenen System bestmögliche Kohlemahlung erreicht.

d) Spritzkornanfall und Kohlemahlung.

Werden die Siebanalysen des Kohlegutes nach den Trocknern, die bei verschiedenen Durchsätzen und Spritzkormengen erhalten werden, einander gegenüber gestellt, (Tafel A) so ist zu erkennen, dass wenig Spritzkorn eine gute Mahlung bedeutet, besonders auch der Anteile, die unter einer Grösse von 1 mm liegen.

3) Schlussfolgerungen.

1) Die Mahlung erfolgt zu 30 - 35 % in der Vorbrechung, zu weiteren 20 - 30 % in der Hammermühle, zu 10 % in der Schleudermühle, zu 10 % und mehr im Trockner und zum Rest in den Walzenstühlen und den Concentramühlen.

2) Die Mahlsysteme sind im Wirkungsgrad vom Durchsatz stark abhängig. Hammer- und Schleudermühle arbeiten bei einer Beschickung von 30 stuto pro System sehr gut, (Fall E) bei 45 stuto ausreichend, während bei höherer Belastung von 65 stuto der Wirkungsgrad sich stark verschlechtert (Fall D). Besonders auffallend ist ferner, dass die Walzenstühle, die pro System mit 25 - 90 tato gefahren werden, bei den höheren Belastungen sehr schlecht arbeiten. Das von ihnen nicht zerkleinerte Gut geht ungesiebt den Concentramühlen zu und enthält das Spritzkorn.

3) In den letzten Monaten hat sich infolge der hohen Durchsätze bis zu 1600 tato Trockenkohle und der Rückführung des grössten Teiles des Spritzkorns zu den Breimühlen die Spritzkormenge stark erhöht.

4) Bei guter Mahlung der Kohle ist der Spritzkornanfall gering. Wenig Spritzkorn bedeutet somit eine gute Mahlung, und zwar auch der Kohleanteile, die unter der Grösse des Spritzkornes liegen.
(Tafel A)

Pölit, den 14.4.1944.

(Dr.Steffen)
HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Ø : W, Sch, Weike, BR

1) Zum Umlauf: BH, BD, BL, BK.

2) zurück an ZB z.Verbl.

01053

Bag Target

1 30/4.13

Herrn
Dir. Dr. H. Pier
I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Ludwigshafen / Rhein

w/n.

24. 11. 1944

Kracken von Öfen in Kugelföfen.

Sehr geehrter Herr Dr. Pier!

Ich nehme Bezug auf meinen Brief vom 21. Okt. 1944, mit dem ich Ihnen über die Absicht, im Kugelföfen Rohlrückstand zu kracken, berichtete. Inzwischen ist ein Kugelföfen seit ca. 3 Wochen gut gelaufen, so daß erwiesen ist, daß der beim Kracken entstehende Koks durch die Mahlkörper verkleinert und in Staubform vom Ofen glatt ausgetragen wird. Ich könnte mir denken, daß damit eine Basis für eine Patentanmeldung gegeben ist, und wir haben in einem Entwurf unsere Gedanken skizziert, der in Anlage beiliegt.

Ich bitte um Ihre Beurteilung und gegebenenfalls um Weitergabe an die Patentabteilung zur Bearbeitung.

Mit freundlichen Grüßen und

Heil Hitler!

Ihr

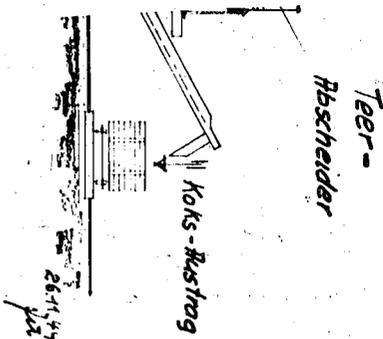
Gen. K. Wiesel

Anlage

1. Kalkuliermerk vom
2. Rohlrückstand vom 21.10.44

21.10.1944

2



Teer-
Behälter

Koks-
Rückstand

01054

HYDRIERWERKE POLITE
AKTIENGESELLSCHAFT

Polite, den 2. Dezember 1944 No.
H/Stf.

Bag Target

Arbeits-Rückstand
Aktiverwerb

30/4.13

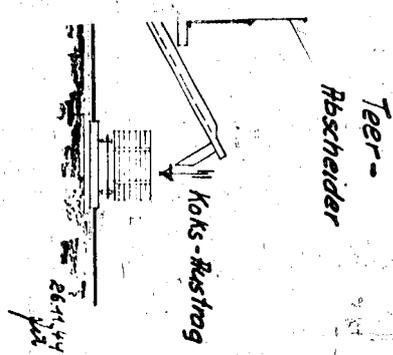
Betr.: Krackprozess Polite. Patentanmeldung - Entwurf -

Zur Erzeugung tiefsiedender Kohlenwasserstoffe aus hochsiedenden haben Krackverfahren Verwendung gefunden. Unter dem Einfluss hoher Temperaturen werden bei diesen unter erhöhtem oder atmosphärischem Druck Benzine durch Aufspaltung von Gasöl oder noch höher siedenden Produkten gewonnen. Da bei der Spaltung neben tiefsiedenden Fraktionen in geringeren Mengen hochsiedende Teere anfallen und da diese leicht zur Verkokung neigen, war es erforderlich, um lange Betriebszeiten zu erreichen, diese Teere aus dem Prozess abzuführen und nur Destillate durch die Krackzone zu schicken, ansonsten tritt Koksbildung auf und die Notwendigkeit, die Apparate von diesem zu reinigen. Die meisten in der Technik angewandten Krackverfahren spalten Destillate und vermeiden den Anfall von Koks. Sie sind somit auf asphaltfreie, möglichst wasserstoffreiche Produkte beschränkt.

Es war jedoch das Bestreben, Verfahren zu entwickeln, die die reichlich vorhandenen, asphaltführenden Rückstandsöle und Teere verarbeiten und ein Cracken auf Koks gestatten. Der dabei anfallende Koks ist aschefrei und findet ein weites Anwendungsgebiet, wie zur Herstellung von Elektroden. Die bisherigen auf Koks crackenden Verfahren sind durchweg diskontinuierlicher Art. Der Koks verbleibt in der Apparatur und muss nach der Unterbrechung des Prozesses ausgebracht werden. Diese Arbeitsweise hat in der Technik nur beschränkt Anwendung gefunden.

Es wird ein Verfahren beschrieben, das in der Praxis bewiesen hat, Rückstandsöle auf Koks zu cracken, wobei der Koks in einer Form anfällt, die kontinuierlich aus der Apparatur ausgebracht wird. Zu dem Zweck werden die vorerhitzten Produkte in einem rotierenden Crackofen geschickt, der mit Mahlkörpern gefüllt ist. Diese Mahlkörper zerkleinern den Koks. Der Koksstaub wird einer Schmelze zugeführt, die ihn kontinuierlich ausbringt. Diese Arbeitsweise wurde zunächst für ein Cracken bei atmosphärischem oder leicht erhöhtem

21 102.1044



01055

Bag Target

- 2 -

Druck durchgeführt. Bis kann jedoch durch entsprechende Änderung des rotierenden Ofens und des Austrages auf Kracken unter Druck angewandt werden. Weiterhin gestattet die Arbeitsweise den Zusatz von Kontakten, welche die Spaltung oder die Beschaffenheit des Kokses beeinflussen.

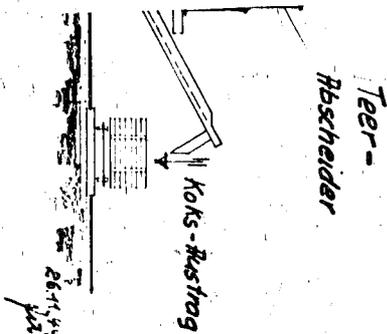
Nachstehend wird der Prozess an einem Beispiel beschrieben. Erdölrückstand, von dem 20 % unter 350°C siedend, wird dem Verholser zugegeben und dort bei einem Druck von 4 - 8 atm auf Temperaturen von 300 - 350°C erhitzt. Nach Zusatz von etwas Dampf wird das aufgeweichte Produkt in den Ofen entspannt, der eine Länge von 10 m und einen Durchmesser von 2 m besitzt. Der Trommelofen ist mit Mahlkörpern zum Teil gefüllt und rotiert. Er wird durch eine Gasfeuerung bei der die Heisgase ungewillt werden, bei Wandtemperaturen von 50 bis 370°C gehalten. Die Produkte durchströmen den Ofen, die Umsetzung findet statt. Die Reaktionsprodukte, die bei den Temperaturbedingungen des Ofens gasförmig sind, verlassen diesen kurz oberhalb am Austragende der Schmelze. Sie treten in eine Beruhigungszone ein und verringern ihre Geschwindigkeit, sodass mitgerissener Koksstaub anfällt. Dann gelangen sie in einen Teerabscheider, in dem weiterer Staub und Teer anfallen. Diese werden durch eine am unteren Ende des Teerabscheiders angeschlossene Schleuse ausgebracht.

Vom Teerabscheider strömen die Produkte zur Vorkühlerkolonne. Durch Berieselung mit anfallendem Vorkühleröl werden hier die hochsiedenden Kohlenwasserstoffe niedergeschlagen. Das erhaltene Vorkühleröl ähnelt im Siedeverhalten dem eingesetzten Rohprodukt. Die Kopfprodukte der Vorkühlerkolonne treten in den Nachkühler. Hier werden sie mit stark gekühltem, anfallendem Nachkühleröl berieselt. Das erhaltene Nachkühleröl enthält 30 % Benzin und 80 % an unter 350°C siedenden Kohlenwasserstoffen. Die Restgase werden über eine Vorlage, in der weiteres Benzin anfällt, das dem Nachkühleröl sukzessive mittels eines Gebläses ins Freie gedrückt.

Durch die Mahlkörper wird der während der Krackung in der Trommel entstehende Koks gerieben. Durch das Rotieren der Trommel wird der Koks hochgehoben, von den Schaufeln in den Schmelzaustrag geworfen und ausgebracht. Er ist weitgehend frei von Asche.

Bei einem Durchsatz von 2 m³ Erdöl/h wurden in 24 Stunden 25 Vorkühleröl und 19 m³ Nachkühleröl erhalten. Die Hauptdaten der

Produkte



0105E

Bag Target

- 3 -

1

-30/4.13

Produkte folgen :

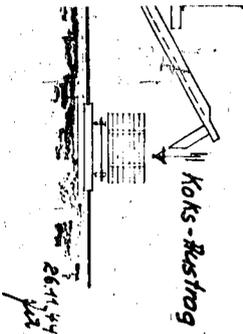
	Rohprodukt	Vorwärmer	Nachwärmer
d ₅₀	0.90	0.92	0.84
Siedebeginn °C	263	275	28
Vol. % - 200°C	0	0	30
" - 350 "	22	24	80

Ferner entstanden stündlich etwa 50 m³ Restgas, geringe Mengen an Teer und während 24 Stunden etwa 0.8 t Koks. Eine Zeichnung der Apparatur folgt.

(Dr. Stoffen)

Pulitz, den 2. Dezember 1944

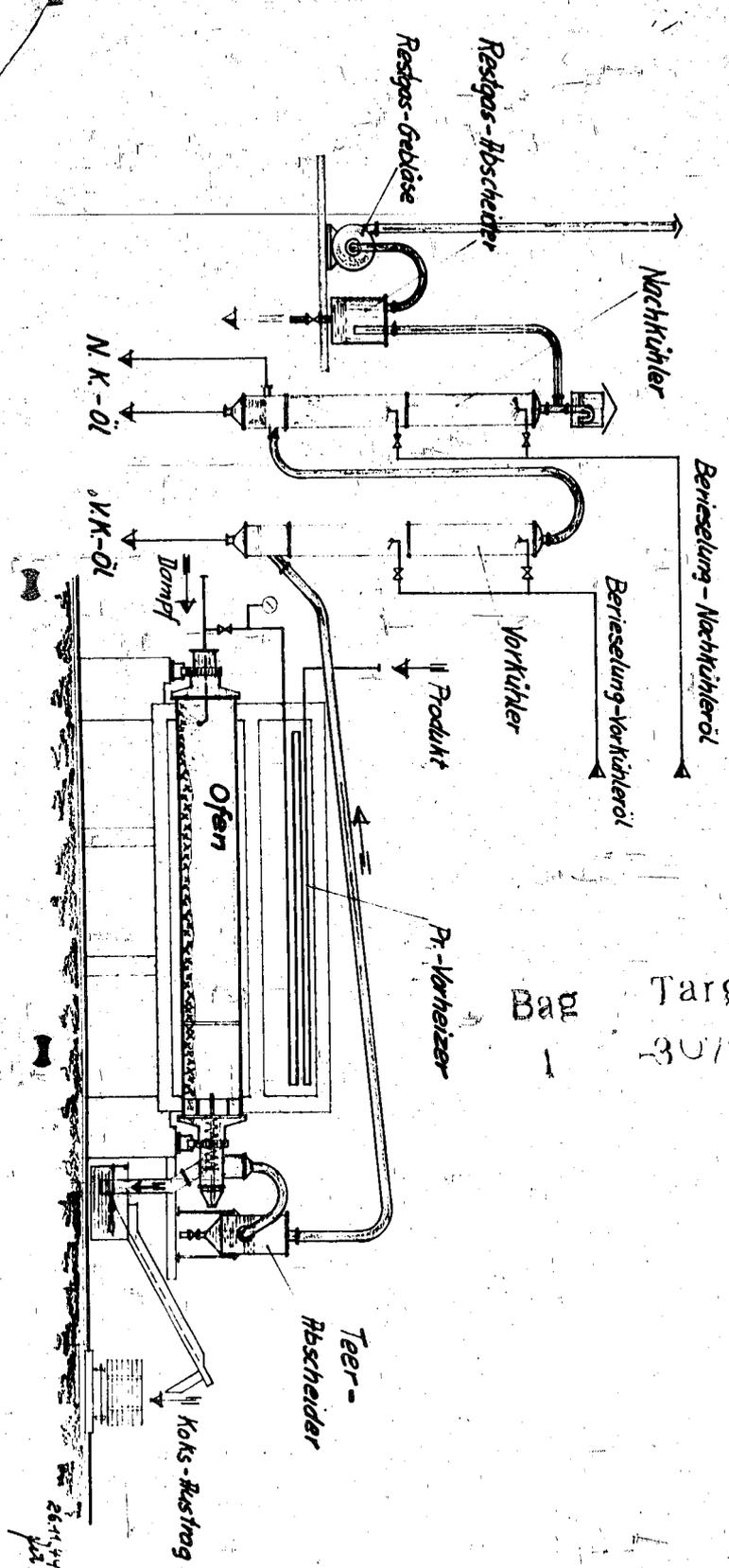
HYDRIERUNGS POLIZ
AKTIVGESELLSCHAFT



Teer-
Abscheider

Koks-Rost

01057



Bag Target
 1 30/4.13

01058

HYDRIERWERKE PÖLITZ
Aktiengesellschaft

Stettin-Pölitz, den 27.11.44 Mb

83/11
Bag Target
1 -30/4.13

Aktenvermerk.

Betr.: Kracken mit im Hydrierwerk vorhandenen Apparaturen.

Einleitung:

Nach den Bombenangriffen des Jahres 1944 entstand für die Hydrierwerke Pölitz eine neue Aufgabe. Von der grossräumigen Hydrieranlage, in der ein Betrieb aufs engste mit dem andern gekuppelt ist, hatten sich die Anlagen zur Erzeugung, Kompression und Anlieferung des Wasserstoffes neben Teilen der Destillation als besonders anfällig erwiesen. Zur Wiederinstandsetzung erforderten besonders die ersteren längere Reparaturzeiten als die eigentlichen Fabrikationsanlagen. Die Hochdruckkammern waren infolge ihrer Art und Zahl stets in kürzester Frist, wenigstens zum Teil, wieder anfahrbereit. Es musste daher versucht werden, zeitweise Treibstoffe ohne die Verwendung von Wasserstoff zu erzeugen und dabei auf vorhandene Erdölprodukte und Teere als Rohstoff zurückzugreifen.

Die Erdölindustrie verwendet zur Treibstoffgewinnung Krackverfahren, die Wasserstoffe nicht benötigen. Über die Krackung von Teeren liegen dagegen keine nennenswerten Erfahrungen vor. Erdölprodukte werden teils unter Druck in der Flüssigphase oder drucklos in der Gasphase gespalten. Es galt daher, die im Hydrierwerk vorhandenen Apparaturen zu überprüfen und gegebenenfalls einen Teil für die Krackung von Erdölprodukten und Teeren umzubauen und einzusetzen.

Kracken unter Druck.

Zum Kracken unter Druck ist neben Abscheiden, Kühlern, Wärmeaustauschern und Fraktionierkolonnen hauptsächlich ein Röhrenofen erforderlich. Die verwendeten Rohre haben Durchmesser bis zu 100 mm und müssen bei einem Druck von etwa 70 atm Temperaturen bis zu 500°C zulassen. Die Produktgeschwindigkeit in diesen Rohren liegt bei eineinhalb Minute pro Sekunde und die Verweilzeit für die Krackreaktion zwischen 400 und 500°C bei 15 Minuten.

Röhrenerhitzer mit äusserst guter Wärmeübertragung, da die Verbrennungsgase umgewälzt werden, standen in den Vorheizern der Hochdruckkammern zur Verfügung. Eine Kohlekammer, die aus Gründen der Wasserstoffherzeugung und der Kohleaufbereitung für längere Zeit nicht eingesetzt werden konnte, wurde daher für das Kracken unter Druck umgebaut.

01059

Bag Target

- 2 -

1

-30/4.13

Hierbei wurde wie folgt verfahren :

Eine Kohlekammer wurde für die Krackung und eine zweite für die Destillation der anfallenden Krackprodukte hergerichtet. Der Vorheizler der Krackkammer enthält in der kalten und mittleren Gasse je 7 Haarnadeln von 90 mm \varnothing und im heissen Teil 10 Haarnadeln von 45 mm \varnothing . - Ferner befinden sich in ihr zwei Hochdruck-Öfen, die als Reaktionsgefässe dienen und während des Betriebes umschaltbar sind, wobei vorgesehen ist, diese zunächst von unten nach oben zu fahren. Den Reaktionsgefässen ist als Heissabscheider ein 25 m³ Behälter nachgeschaltet, der bei hohem Druck Temperaturen von 400°C zulässt. Sonst sind noch die 3 Regeneratoren, der Kühler und die Abscheiderflasche verwandt worden.

In der Destillationskammer wurde versuchsweise ein mit Raschigringen gefüllter Hochdruckofen als Destillationskolonne eingesetzt, um neben Benzin und Mittelöl ein in den Krackung zurückzuführen^{zu} des Schweröl zu gewinnen. Der vorhandene Vorheizler dient zur Aufheizung der Produkte; Wärmeaustauscher und Pumpen entstammen einer Linde-Anlage.

Wie aus beigefügtem Flliesschema zu erkennen, ist folgende Arbeitsweise geplant. Das Produkt, ein Erdöl, wird durch Breipressen auf etwa 50 atm gedrückt und über einen Regenerator und den kalten Teil des Vorheizlers dem Heissabscheider der Krackkammer zugeführt. Dieser wird bei 7 atm gehalten. Dort werden die hochsiedenden Teere und anorganischen Bestandteile durch entsprechende Temperatureinstellung abgetrennt und über einen Kühler abgegeben. Die Kopfprodukte des Heissabscheiders, in den auch die gekrackten Produkte eintreten, werden über Regeneratoren, Kühler und Abscheiderflasche dem Abstreiferbehälter zugeführt.

Aus dem Abstreiferbehälter gelangen die Produkte zur Destillationskammer. Dort werden sie nach Durchfliessen von 2 Wärmeaustauschern und dem Vorheizler in der Destillationskolonne zerlegt. die aus Benzin und Mittelöl bestehenden Kopfprodukte werden über einen Wärmeaustauscher und Kühler in einen Abscheider gefahren. Von diesem werden der Rückfluss der Kolonne, das Benzin und Mittelöl und die Restgase abgezogen. Das am Fluss der Destillationskolonne anfallende Schweröl gelangt über einen Wärmeaustauscher und Kühler in den Rückführungsbehälter. Es enthält das im Rohprodukt vorhandene Schweröl und das Schweröl aus der Krackkammer.

- 3 -

01060

Dieses Schweröl läuft zur Krackkammer, durch Breipressen wird es auf etwa 50 atm gedrückt, in zwei Regeneratoren vorgewärmt und tritt mit etwa 400°C in den mittleren und anschliessend in den heissen Teil des Vorheizers. Ihn verlässt es mit Temperaturen von 500°C, um in einen der beiden Reaktionsöfen und von dort nach Entspannung auf 7 atm in den Heissabscheider eintreten. Somit ist gewährleistet, dass nur Destillate durch die Krackzone des Vorheizers geschickt werden, so dass eine Verkokung hier nicht zu erwarten ist.

Wärmemässig wurde berechnet, dass stündlich 14 to Rückführung und 7 to Frischprodukt in der Krackzone aufgeheizt werden. Ein Entstehen von nur 20 % Benzin und Mittelöl bei einmaligem Durchlaufen der Krackzone entspricht einer Neubildung an Benzin und Mittelöl von 4 to/h oder 3000 to/Monat. Der Umbau der Anlage ist nahezu beendet. Sie soll in allernächster Zeit in Betrieb gehen.

Kracken bei atmosphärischem Druck.

Für druckloses Kracken werden Temperaturen von 500 - 600°C bei Reaktionszeiten von weniger als 1 Minute benötigt. In den Schmelöfen standen Apparate zur Verfügung, die solche Temperaturbeanspruchungen zulassen. Da in ihnen jedoch bei der bisherigen Ausführung die Kohlenwasserstoffdämpfe schnellstens aus der hohen Temperaturzone abgeführt werden, bestand die Forderung beim Kracken in diesem Ofen die Verweilzeit obiger Produkte zu verlängern.

Einer der vorhandenen Kugelöfen wurde für Krackversuche bei atmosphärischem Druck umgebaut. Die bei den Reaktionstemperaturen gasförmigen Produkte werden gezwungen, den Ofen zu durchstreichen und an der Austragsschnecke auszutreten. Das beigefügte Bild zeigt den normalen und ^{den} zum Kracken abgeänderten Schmelofen. Bei letzterem ist der Wassertopf entfernt worden. Am Schneckengehäuse befindet sich gegenüber dem Austragskasten für Koks ein zweiter Kasten, von dem über einen Teerfänger die gasförmigen Produkte der Kondensation zugeführt werden.

Mit diesem Ofen wurde am 2. 11. das erste Krackbenzin in Pölitz erzeugt. Folgende Arbeitsweise wurde angewandt: Erdölrückstand, von dem 20 % unter 350 °C siedeten, wird dem Vorheizer zugepumpt und dort bei einem Druck von 4 - 8 atm auf Temperaturen von 300 - 350°C erhitzt. Nach Zusatz von etwas Dampf wird das aufgeheizte Produkt in den Ofen eingespritzt. Der Trommelofen ist mit Mahlkörpern gefüllt und rotiert. Er wird durch eine Gasfeuerung, bei der die Heizgase umgewälzt werden, bei Wandtemperaturen von 550°C gehalten. Die Produkte

Bag Target

1 -30/4.13

durchlaufen den Ofen, die Umsetzung findet statt, die durch Zusatz von Kontakten, die mit dem Rohprodukt eingebracht werden, beeinflusst werden kann. Die Reaktionsprodukte, die bei den Temperaturbedingungen des Ofens gasförmig sind, verlassen die ^{sen} kurz oberhalb am Austragsende der Schnecke. Sie treten in eine Beruhigungszone ein und verringern ihre Geschwindigkeit, so dass mitgerissener Koksstaub ausfällt. Dann gelangen sie in einen Teerabscheider, in dem weiterer Staub und Teer anfallen. Diese werden durch eine am unteren Ende des Teerabscheiders angeschlossene Schleuse ausgebracht.

Vom Teerabscheider strömen die gasförmigen Produkte zur Vorkühlerkolonne. Durch Berieselung mit anfallendem Vorkühleröl werden hier die hochsiedenden Kohlenwasserstoffe niedergeschlagen. Das erhaltene Vorkühleröl ähnelt im Sieverhalten dem eingesetzten Rohprodukt. Die gasförmigen Produkte der Vorkühlerkolonne treten in den Nachkühler. Hier werden sie mit stark gekühltem, anfallendem Nachkühleröl berieselt. Das erhaltene Nachkühleröl enthält 30 % Benzin und 80 % an unter 350°C siedenden Kohlenwasserstoffen. Die Restgase werden über eine Vorlage, in der weiteres Benzin anfällt, das dem Nachkühleröl zuläuft, mittels eines Gebläses ins Freie gedrückt.

Durch die Mahlkörper wird der während der Krackung in der Trommel entstehende Koks zu Staub zerrieben. Für einige Stunden wird zeitweise die Drehzahl der Trommel erhöht. Der Koks wird hochgehoben, von den Schaufeln in den Schneckenaustrag geworfen und ausgebracht. Er ist trocken, staubförmig und weitgehend frei von Asche.

Bei einem Durchsatz von 2 m³ Erdöl/h wurden in 24 Stunden 25 m³ Vorkühleröl und 19 m³ Nachkühleröl erhalten. Die Hauptdaten der Produkte folgen:

	Rohprodukt	Vorkühler	Nachkühler
d ₅₀	0.90	0.92	0.84
Siedebeginn °C	263	275	58
Vol.% -200°C	0	0	30
" -350°C	22	24	80

Ferner entstanden stündlich etwa 50 m³ Restgas, geringe Mengen an Teer und während 24 Stunden etwa 0.8 t Koks. Eine erzielte Tagesbilanz war folgende :

- 5 -

Bag Target

Eingebracht: Rohprodukt	1	30/4.13	43.2 to = 100 Gew.%
Ausgebracht:			
Benzin - 200°C	5.8 to =		13.4 Gew.%
Gasöl 200-350°C	13.4 " =		31.1 "
Produkte über 350°C	19.8 " =		45.8 "
Koks	0.8 " =		1.9 "
Restgas	2.4 " =		5.5 "
Teer und Verlust	1.0 " =		2.3 "
		43.2 to =	100.0 Gew.%

An Gasöl waren 4.6 to neugebildet worden, somit betrug die Neubildung an Benzin und Gasöl insgesamt 10.4 to oder 24 Gew.%, bezogen auf Rohprodukt.

Das Nachkühleröl wird an die Destillation abgegeben. Das Vorkühleröl wird gestapelt, um es zusammen mit frischem Produkt in den Prozess als Rückführung zurückzuschicken. Zur Zeit verarbeitet der Krackofen Erdölrückstände. Versuche, in ihm auch Teere zu spalten, sind vorgesehen.

Schluss:

Benötigt der Umbau einer Hochdruck-Kammer zur Krackapparatur mehrere Wochen, so erfordert der Umbau des Schwelofens nur wenige Tage. Hier kann die vorhandene Kondensationsanlage verwandt werden und gibt eine ausreichende Fraktionierung. Von besonderem Vorteil ist der geringe Raumbedarf dieser Einheit.

Beim Kracken unter Druck, wonach die Erdölindustrie weitgehend arbeitet, würde erst durch den Einsatz nur reiner Destillate in die Reaktionszone das Problem der Koksbildung technisch gelöst. Dadurch wurde aber auch die Art der einsatzfähigen Produkte begrenzt. Nur asphaltfreie, möglichst wasserstoffreiche Produkte, wie sie in Erdölen vorliegen, können ohne Koksbildung gekrackt werden. Im Kugelofen dagegen ist ein Kracken auf Koks möglich. Wie gezeigt wurde, eignet er sich für die Verarbeitung von Erdölrückständen. Diese können auch Asphalte enthalten. Somit ist eine Arbeitsweise gegeben, die ein kontinuierliches Kracken auf Koks gestattet, denn der Koks wird während des Prozesses ausgetragen. Da Teere infolge ihres geringen Wasserstoffgehaltes auf Koks gekrackt werden müssen, wird erwartet, dass auch diese, wenn überhaupt, in der oben beschriebenen Apparatur gespalten werden können.

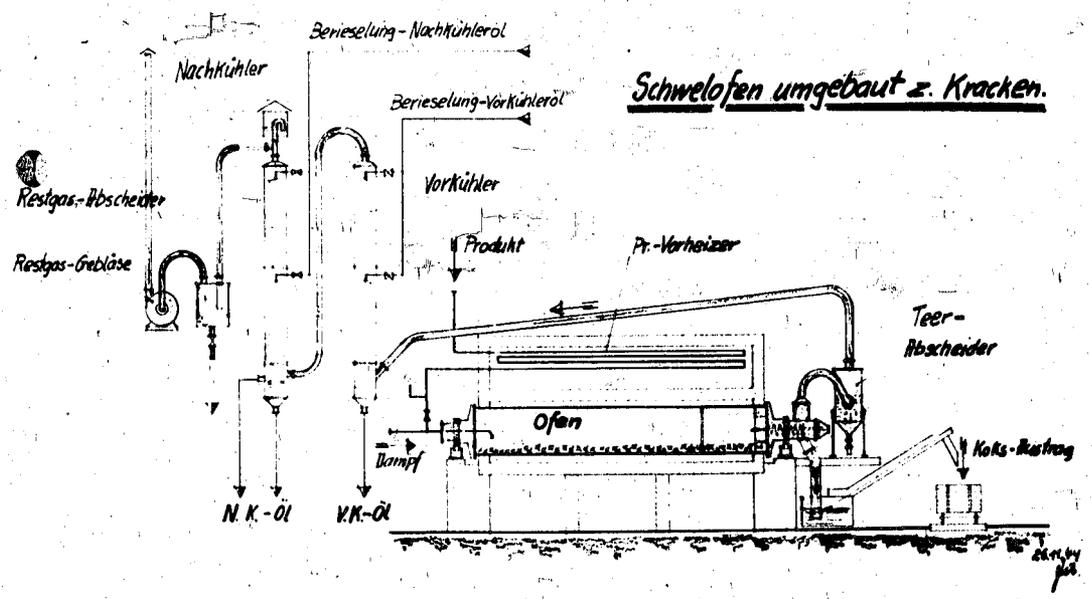
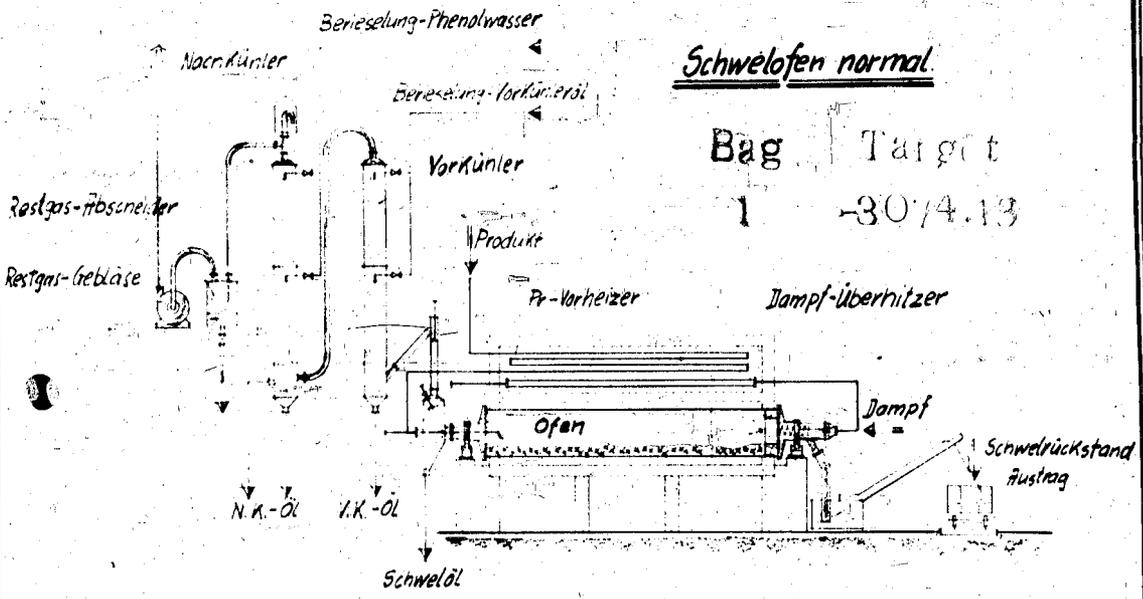
Anlagen.

(Dr. Steffen)

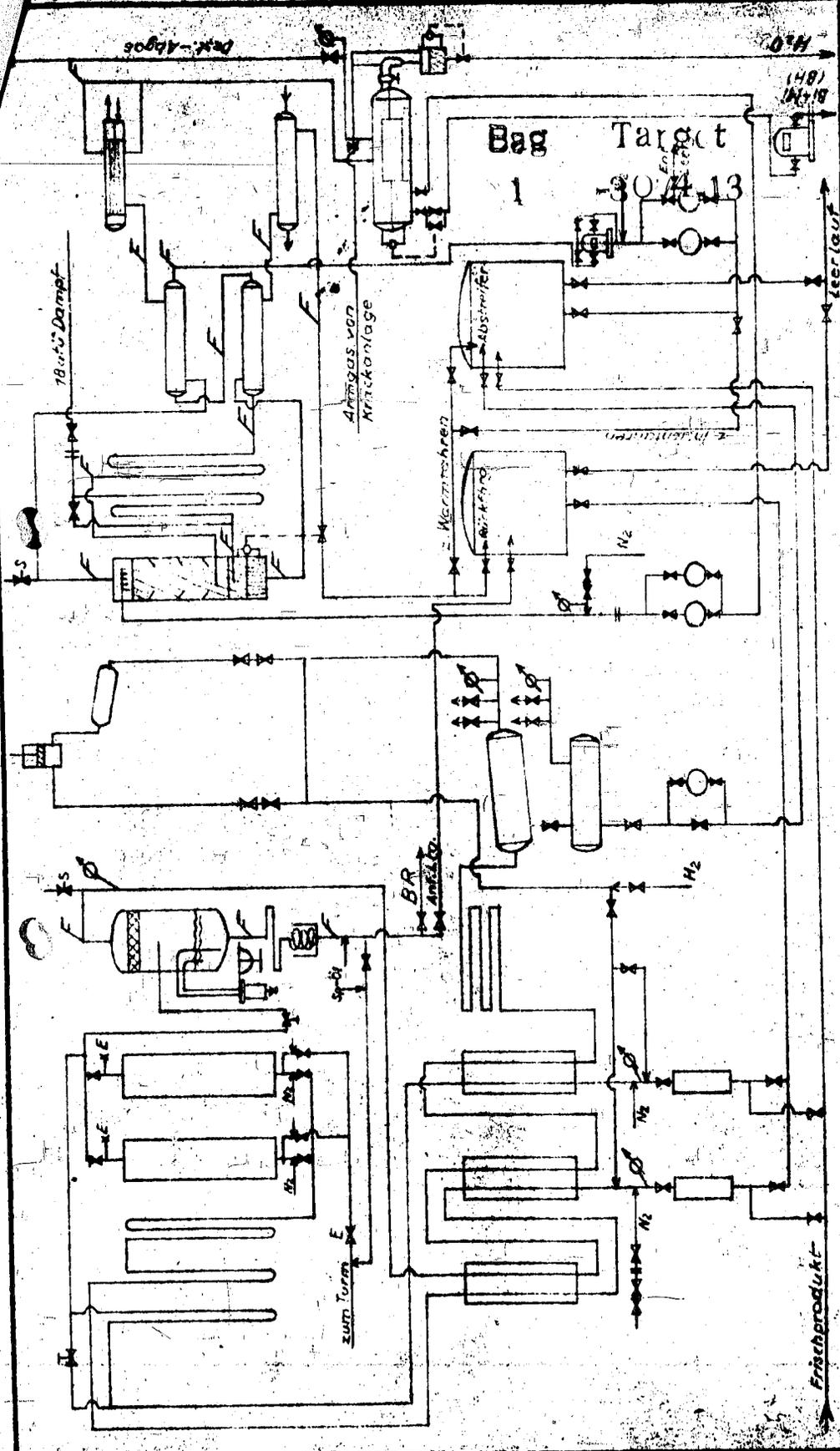
HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 27. 11. 1944 .





01064



Blatt Nr. **BR 340257**
 Blatt aus **BR 340257**
 Die Zeichnung ist ohne Rücksicht auf abweichende Ausführungen zu verstehen. Die Ausführung ist dem Ausführungsplan zu entnehmen. Die Ausführung ist dem Ausführungsplan zu entnehmen. Die Ausführung ist dem Ausführungsplan zu entnehmen.

Bauart **Kern**
 Betrieb **Betrieb**
 Bem. **Bem.**

01065

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 4. Dezember 1944 Mo.
BR/Stf.

Bag Target
1 -30/4.13

Betrieb Rückstand
Aktenvermerk

Betr.: Treibstoffherzeugung durch Kracken im Kugelofen.

Im Kugelofen steht dem Hydrierwerk eine Apparatur zur Verfügung, die gestattet, Produkte aus Erdölen und Teeren auf 550° zu erhitzen. Versuche in Pölitz haben gezeigt, dass bei diesen Temperaturen im Kugelofen Treibstoffe durch kontinuierliches Kracken von Erdölrückständen auf Koks gewonnen werden. Das in Pölitz entwickelte Krackverfahren gestattet die Verarbeitung asphalthaltiger, wasserstoffarmer Rückstandsöle und soll auch zur Krackung von Teeren herangezogen werden. Nachstehend wird der Kugelofen beschrieben, wie er für die Schwelung eingesetzt wird und wie er nach Umbau für die Krackung verwendbar ist.

Fahren des Kugelofens auf Schwelung.

Bei der Hydrierung von Steinkohle wird der aus dem Abschlamm der Kohlekammern durch Schleudern ausgebrachte Rückstand verschwelt. Aus ihm, der 40 % an Asche und unaufgeschlossener Kohle enthält, werden durch diesen Vorgang 80 % der vorhandenen schweren Öle zurückgewonnen und nach Anmischen mit Kohle in die Hochdruckkammern zurückgeführt. Für diesen Schwelprozess verwendet man Kugelöfen.

Ein solcher Ofen besteht hauptsächlich aus dem Vorheizger, der Schweltrommel und der Kondensationsanlage. Letztere dient zum Niederschlagen der erhaltenen Öle. (Siehe Abbildung Schwelöfen normal). Die Arbeitsweise ist folgende: Dem Schleuderrückstand wird Kontakt zugesetzt, um in der Schwelerei eine bessere Verarbeitung zu erzielen. Durch eine Kreislaufleitung wird er zur Schwelerei gepumpt, von der die angeschlossenen Schwelöfen ihn abnehmen.

Nach Durchlaufen des gasbeheizten Vorheizers, der aus be-
rippen Rohren mit einer Gesamtlänge von 110 m besteht, tritt er
von Hochdruckdampf zerstäubt, mit Temperaturen von 350°C in die
Schweltrommel. Diese ist ein rotierender Hohlzylinder von 10 m
Länge und 2 m Durchmesser, in dem sich eiserne Mahlkörper befinden.

01066

Durch seine Gasfeuerung werden die Wandtemperaturen der Trommel auf 530°C gehalten. Der Rückstand verkocht bei diesen Temperaturen. Der Koks, von den Mahlkörpern zerschlagen, bewegt sich infolge der Rotation der Trommel und einer leichten Neigung dieser dem Austragsende zu. Dort wird er von Schaufeln hochgehoben und in einen Schneckenaustrag geworfen. Dieser fördert ihn über eine Wassertauchung zu einem Kratzband, das ihn ausbringt. Niederdruckdampf, auf 530° erhitzt, wird dem Koks entgegengeschickt und treibt die entstehenden Öldämpfe dem Eintrittsende der Trommel zu. Über einen Wascherkopf treten die Dämpfe in den Vor- und anschliessend in den Nachkühler. In diesen werden sie durch Berieselung mit angefallenen, gekühlten Ölen niedergeschlagen. Das erhaltene Schwelgas wird über Dach abgegeben.

Neben dem Schwelkoks, der 40 % Asche enthält und von Hüttenwerken abgenommen wird, fällt in der Hauptsache das über 330°C siedende Schwelöl an. Dieses wird in die Hydrierung zurückgeschickt. Stündlich verarbeitet ein Schwelofen 3.3 to Schleuderrückstand und erzeugt daraus 1.5 to Schwelrückstand, 1.5 to Vorkühleröl und 0.1 to Nachkühleröl. Verlust und Gasbildung betragen 0.2 to. Das Gas enthält 85 % Wasserstoff. Es ist der Sinn dieser Schwelung, jede Zersetzung der vorliegenden Öle zu vermeiden und sie möglichst schnell aus der hohen Temperaturzone abzuführen.

Fahren des Kugelofens auf Krackung.

Beim Kracken ist dagegen eine bestimmte Verweilzeit erforderlich. Diese beträgt beim Spalten in der Gasphase für Temperaturen zwischen 500 und 600° weniger als 1 Minute. Soll daher der Kugelofen auf Krackung gefahren werden, so ist die Verweilzeit der Öldämpfe in der Schweltrommel zu verlängern. Zu diesem Zweck wurde folgender Umbau vorgenommen. (Siehe Abbildung Schwelofen umgebaut zum Kracken).

Um ein sofortiges Wiederaustreten der eingespritzten Produkte aus der Trommel auszuschalten, wurde der Wascherkopf entfernt. Die Trommel wurde hier durch einen Deckel geschlossen, durch den nur das Einspritzrohr mit dem Dampfanschluss führt. Die Öldämpfe müssen mit dem Koks die Trommel durchströmen. Oberhalb des Koksaustrages wurde am Schneckengehäuse ein Kasten angebracht. Dieser wurde über einen Teerabscheider mit der Vorkühlerkolonne verbunden. Die Dampfzufuhr am Ende der Trommel wurde entfernt, ebenso die Dampfüberhitzer-schlange. An der Kondensationsanlage wurden keine Änderungen vorgenommen.

Die Arbeitsweise dieses Ofens, der auf Krackung gefahren wird, ist folgende: Im Vorheizer wird der Erdölrückstand ^{bei einer 14 Stun} auf 300°C erhitzt. Von Hochdruckdampf zerstäubt, tritt er ^{abwärts} in die Trommel ein. Diese wird bei Wandtemperaturen von 550 - 570°C gehalten. Die Öldämpfe durchstreichen die Trommel und zersetzen sich unter Bildung tiefersiedender Produkte, Koks- und Gas. Durch die Mahlkörper wird der Koks zerschlagen. Er wird dem Koksaustrag zugeführt und tritt dort in der bekannten Weise über das Kratzband ^{0,4}. Da im Vergleich zum Schwelprozess die anfallende Koks- menge gering ist, wird nur zeitweise die Drehzahl der Trommel erhöht, wodurch dann der Koksaustrag beschleunigt wird.

Die in der Gasphase vorliegenden Reaktionsprodukte treten oberhalb der Austragsschnecke aus der Trommel. Sie durchlaufen die durch den Kasten geschaffene Beruhigungszone, in der mitgerissener Koksstaub ausfällt. Anschliessend durchströmen sie den Teerabscheider, in dem Teer und weiterer Koksstaub anfallen. Von dort werden sie der Kondensationsanlage zugeführt, die mit Ausnahme der Temperaturhaltung in gleicher Weise wie bei der Schwelung gefahren wird. Es fallen ein Vor- und ein Nachkühleröl an. Ersteres wird mit dem Rohprodukt wieder in den Prozess zurückgeschickt. Das Nachkühleröl wird an die Destillation abgegeben. Es besteht zu etwa einem Drittel aus Benzin und zum Rest aus Gasöl, das unter 350°C siedet.

Nach obiger Arbeitsweise wurde am 2. 11. 44 in Pölitze das erste Krackbenzin erzeugt. Aus einem Erdölrückstand, von dem 20 % unter 350°C siedeten, wurden dabei folgende Produkte erhalten:

13.4	Gew. %	Benzin bis 200°C siedend
31.1	"	Gasöl von 200 - 350°C siedend
45.8	"	Produkte über 350°C siedend
1.9	"	Koks
5.5	"	Krackgas
2.3	"	Teer und Verlust.

Der Kugelofen verarbeitet zur Zeit stündlich 3 m³ Erdölrückstand. Eine Durchsatzsteigerung ist möglich. Versuche, in ihm auch Teere zu spalten, sind vorgesehen.

Schlussfolgerung:

Nur geringe Abänderungen sind beim Umbau des Schwelofens auf Krackung erforderlich. Diese können in einer Woche durchgeführt werden und sind einfachster Art. Sie lassen sich jederzeit entfernen, worauf der Ofen wieder für die Schwelung von Hydrierrückständen zur Verfügung steht.

Somit ist, wie Versuche gezeigt haben, im Kugelofen eine Apparatur greifbar, die sofort für die Treibstoffherzeugung aus Erdölrückständen und wahrscheinlich auch aus Teeren eingesetzt werden kann. Das erzeugte Benzin ist reich an aromatischen Kohlenwasserstoffen und gleicht in seiner Zusammensetzung dem durch Krackung in der Gasphase erhaltenen Benzin.

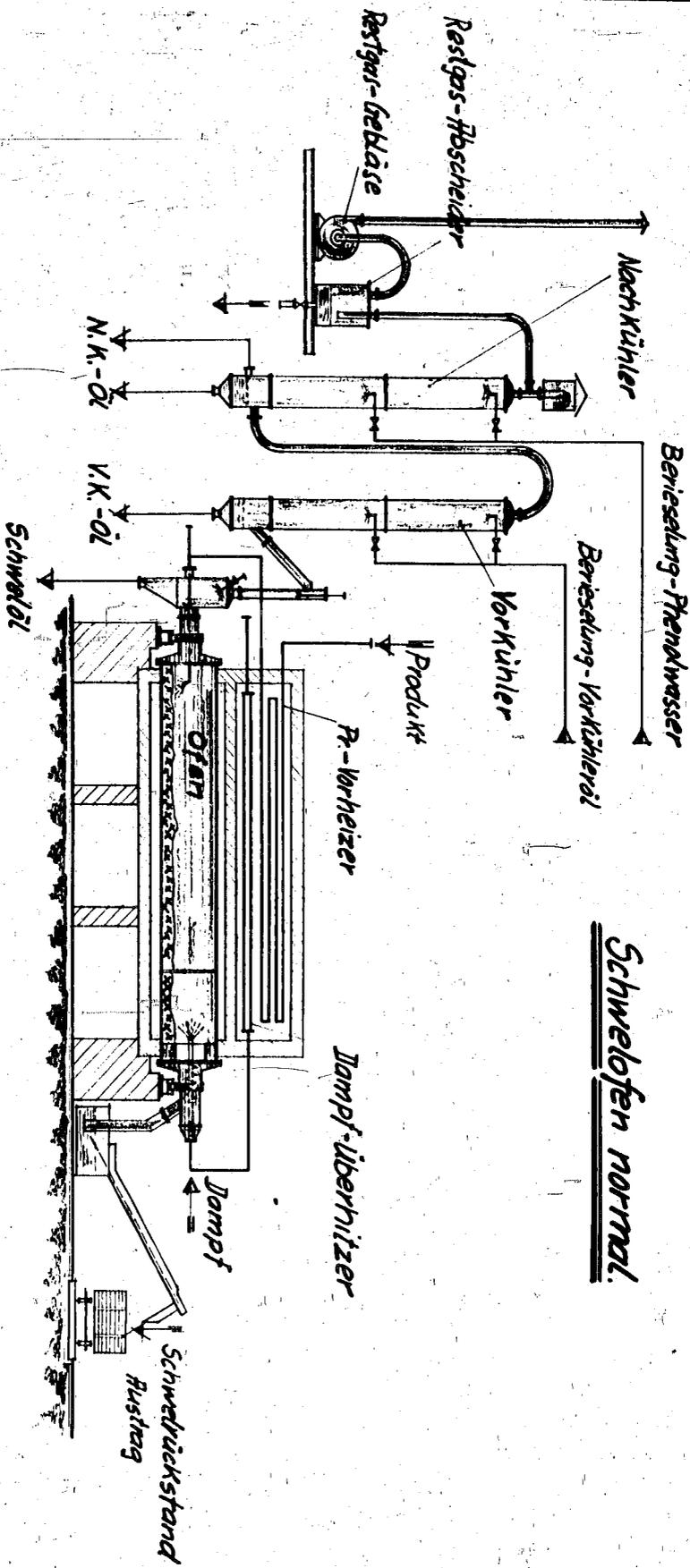
Pöhlitz, den 4.12.1944.

X
(Dr. Steffen)
HYDRIERWERKE PÖHLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

2 Anlagen.

Bag Target
1 -30/4.13

01069



Schwefelofen normal.

0107C

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 2. Dezember 1944 Mo.
BR/Stf.

Betrieb Rückstand
Aktenvermerk

Bag Target
1 -30/4.13

Betr.: Crackprozess Pölitz.

Zur Erzeugung tiefsiedender Kohlenwasserstoffe aus hochsiedenden haben Crackverfahren Verwendung gefunden. Unter dem Einfluss hoher Temperaturen werden bei diesen unter erhöhtem oder atmosphärischem Druck Benzine durch Aufspaltung von Gasöl oder noch höhersiedenden Produkten gewonnen. Da bei der Spaltung neben tiefsiedenden Fraktionen in geringeren Mengen hochsiedende Teere anfallen und da diese leicht zur Verkokung neigen, war es erforderlich, um lange Betriebszeiten zu erreichen, diese Teere aus dem Prozess abzuführen und nur Destillate durch die Crackzone zu schicken, andernfalls trat Koksbildung auf und die Notwendigkeit, die Apparate von diesen zu reinigen. Die meisten in der Technik angewandten Crackverfahren spalten Destillate und vermeiden den Anfall von Koks. Sie sind somit auf asphaltfreie, möglichst wasserstoffreiche Produkte beschränkt.

Es war jedoch das Bestreben, Verfahren zu entwickeln, die die reichlich vorhandenen, asphaltführenden Rückstandsöle und Teere verarbeiten und ein Cracken auf Koks gestatten. Der dabei anfallende Koks ist aschefrei und findet ein weites Anwendungsgebiet, wie zur Herstellung von Elektroden. Die bisherigen auf Koks crackenden Verfahren sind durchweg diskontinuierlicher Art. Der Koks verbleibt in der Apparatur und muss nach der Unterbrechung des Prozesses ausgebracht werden. Diese Arbeitsweise hat in der Technik nur beschränkt Anwendung gefunden.

Es wird ein Verfahren beschrieben, das in der Praxis bewiesen hat, Rückstandsöle auf Koks zu cracken, wobei der Koks in einer Form anfällt, die kontinuierlich aus der Apparatur ausgetragen wird. Zu dem Zweck werden die vorerhitzten Produkte in einen beheizten, rotierenden Crackofen geschickt, der mit Mahlkörpern gefüllt ist. Diese Mahlkörper zerkleinern den Koks. Der Koksstaub wird einer Schnecke zugeführt, die ihn kontinuierlich ausbringt. Diese Arbeitsweise wurde zunächst für ein Cracken bei atmosphärischem oder leicht erhöhtem

01071

Druck durchgeführt. Sie kann jedoch durch entsprechende Abänderung des rotierenden Ofens und des Austrages auf Kracken unter Druck angewandt werden. Weiterhin gestattet die Arbeitsweise den Zusatz von Kontakten, welche die Spaltung oder die Beschaffenheit des Kokes beeinflussen.

Nachstehend wird der Prozess an einem Beispiel beschrieben. Erdölrückstand, von dem 20 % unter 350°C sieden, wird dem Vorheizer zugepumpt und dort bei einem Druck von 4 - 8 atm auf Temperaturen von 300 - 350°C erhitzt. Nach Zusatz von etwa Dampf wird das aufgeheizte Produkt in den Ofen eingespritzt, der eine Länge von 10 m und einen Durchmesser von 2 m besitzt. Der Trommelofen ist mit Mahlkörpern zum Teil gefüllt und rotiert. Er wird durch eine Gasfeuerung, bei der die Heizgase umgewälzt werden, bei Wandtemperaturen von 50 bis 570°C gehalten. Die Produkte durchlaufen den Ofen, die Umsetzung findet statt. Die Reaktionsprodukte, die bei den Temperaturbedingungen des Ofens gasförmig sind, verlassen diesen kurz oberhalb am Austragsende der Schnecke. Sie treten in eine Beruhigungszone ein und verringern ihre Geschwindigkeit, sodass mitgerissener Koksstaub anfällt. Dann gelangen sie in einen Teerabscheider, in dem weiterer Staub und Teer anfallen. Diese werden durch eine am unteren Ende des Teerabscheiders angeschlossene Schleuse ausgebracht.

Vom Teerabscheider strömen die Produkte zur Vorkühlerkolonne. Durch Berieselung mit anfallendem Vorkühleröl werden hier die hochsiedenden Kohlenwasserstoffe niedergeschlagen. Das erhaltene Vorkühleröl ähnelt im Siedeverhalten dem eingesetzten Rohprodukt. Die Kopfprodukte der Vorkühlerkolonne treten in den Nachkühler. Hier werden sie mit stark gekühltem, anfallendem Nachkühleröl berieselt. Das erhaltene Nachkühleröl enthält 30 % Benzin und 80 % an unter 350°C siedenden Kohlenwasserstoffen. Die Restgase werden über eine Vorlage, in der weiteres Benzin anfällt, das dem Nachkühleröl zuläuft, mittels eines Gebläses ins Freie gedrückt.

Durch die Mahlkörper wird der während der Krackung in der Trommel entstehende Koks zerrieben. Durch das Rotieren der Trommel wird der Koks hochgehoben, von den Schaufeln in den Schneckenausstrag geworfen und ausgebracht. Er ist weitgehend frei von Asche.

Bei einem Durchsatz von 2 m³ Erdöl/h wurden in 24 Stunden 25 m³ Vorkühleröl und 19 m³ Nachkühleröl erhalten. Die Hauptdaten der

Produkte

- 5 -

Bag Target

Produkte folgen :

1 -30/4.13

	Rohprodukt	Vorkühler	Nachkühler
d ₅₀	0.90	0.92	0.84
Siedebeginn °C	263	275	58
Vol. % - 200°C	0	0	30
" - 350 "	22	24	80

Ferner entstanden stündlich etwa 50 m³ Restgas, geringe Menge an Teer und während 24 Stunden etwa 0.8 t Koks. Eine Zeichnung der Apparatur folgt.

Pölitze, den 2. Dezember 1944

(Dr. Steffen)

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

01073

Betrieb Rückstand
Aktenvermerk

Bag Target
1 -3074.13

Betr.: Krackprozess Pölitz.

Zur Erzeugung tiefsiedender Kohlenwasserstoffe aus hochsiedenden haben Krackverfahren Verwendung gefunden. Unter dem Einfluss hoher Temperaturen werden bei diesen unter erhöhtem oder atmosphärischem Druck Benzine durch Aufspaltung von Gasöl oder noch höhersiedenden Produkten gewonnen. Da bei der Spaltung neben tiefsiedenden Fraktionen in geringeren Mengen hochsiedende Teere anfallen und da diese leicht zur Verkokung neigen, war es erforderlich, um lange Betriebszeiten zu erreichen, diese Teere aus dem Prozess abzuführen und nur Destillate durch die Krackzone zu schicken, andernfalls trat Koksbildung auf und die Notwendigkeit, die Apparate von diesen zu reinigen. Die meisten in der Technik angewandten Krackverfahren spalten Destillate und vermeiden den Anfall von Koks. Sie sind somit auf asphaltfreie, möglichst wasserstoffreiche Produkte beschränkt.

Es war jedoch das Bestreben, Verfahren zu entwickeln, die die reichlich vorhandenen, asphaltführenden Rückstandsöle und Teere verarbeiten und ein Kracken auf Koks gestatten. Der dabei anfallende Koks ist aschefrei und findet ein weites Anwendungsgebiet, wie zur Herstellung von Elektroden. Die bisherigen auf Koks krackenden Verfahren sind durchweg diskontinuierlicher Art. Der Koks verbleibt in der Apparatur und muss nach der Unterbrechung des Prozesses ausgebracht werden. Diese Arbeitsweise hat in der Technik nur beschränkt Anwendung gefunden.

Es wird ein Verfahren beschrieben, das in der Praxis bewiesen hat, Rückstandsöle auf Koks zu kracken, wobei der Koks in einer Form anfällt, die kontinuierlich aus der Apparatur ausgetragen wird. Zu dem Zweck werden die vorerhitzten Produkte in einen beheizten, rotierenden Krackofen geschickt, der mit Mahlkörpern gefüllt ist. Diese Mahlkörper zerkleinern den Koks. Der Koksstaub wird einer Schnecke zugeführt, die ihn kontinuierlich ausbringt. Diese Arbeitsweise würde zunächst für ein Kracken bei atmosphärischem oder leicht erhöhtem

01074

Druck durchgeführt. Sie kann jedoch durch entsprechende Abänderung des rotierenden Ofens und des Austrages auf Kracken unter Druck angewandt werden. Weiterhin gestattet die Arbeitsweise den Zusatz von Kontakten, welche die Spaltung oder die Beschaffenheit des Kokes beeinflussen.

Nachstehend wird der Prozess an einem Beispiel beschrieben. Erdölrückstand, von dem 20 % unter 350°C siedend, wird dem Vorheizler zugepumpt und dort bei einem Druck von 4 - 8 atm auf Temperaturen von 300 - 350°C erhitzt. Nach Zusatz von etwa Dampf wird das aufgeheizte Produkt in den Ofen eingespritzt, der eine Länge von 10 m und einen Durchmesser von 2 m besitzt. Der Trommelofen ist mit Mahlkörpern zum Teil gefüllt und rotiert. Er wird durch eine Gasfeuerung, bei der die Heizgase umgewälzt werden, bei Wandtemperaturen von 550 bis 570°C gehalten. Die Produkte durchlaufen den Ofen, die Umsetzung findet statt. Die Reaktionsprodukte, die bei den Temperaturbedingungen des Ofens gasförmig sind, verlassen diesen kurz oberhalb am Austragsende der Schnecke. Sie treten in eine Beruhigungszone ein und verringern ihre Geschwindigkeit, sodass mitgerissener Koksstaub ausfällt. Dann gelangen sie in einen Teerabscheider, in dem weiterer Staub und Teer anfallen. Diese werden durch eine am unteren Ende des Teerabscheiders angeschlossene Schleuse ausgebracht.

Vom Teerabscheider strömen die Produkte zur Vorkühlerkolonne. Durch Berieselung mit anfallendem Vorkühleröl werden hier die hochsiedenden Kohlenwasserstoffe niedergeschlagen. Das erhaltene Vorkühleröl ähnelt im Siedeverhalten dem eingesetzten Rohprodukt. Die Kopfprodukte der Vorkühlerkolonne treten in den Nachkühler. Hier werden sie mit stark gekühltem, anfallendem Nachkühleröl berieselt. Das erhaltene Nachkühleröl enthält 30 % Benzin und 80 % an unter 350°C siedenden Kohlenwasserstoffen. Die Restgase werden über eine Vorlage, in der weiteres Benzin anfällt, das dem Nachkühleröl zuläuft, mittels eines Gebläses ins Freie gedrückt.

Durch die Mahlkörper wird der während der Krackung in der Trommel entstehende Koks zerrieben. Durch das Rotieren der Trommel wird der Koks hochgehoben, von den Schaufeln in den Schneckenaustrag geworfen und ausgebracht. Er ist weitgehend frei von Asche.

Bei einem Durchsatz von 2 m³ Erdöl/h wurden in 24 Stunden 25 m³ Vorkühleröl und 19 m³ Nachkühleröl erhalten. Die Hauptdaten der

Produkte

- 3 -

Bag Target

1 1-30/4.13

Produkte folgen :

	Rohprodukt	Vorkühler	Nachkühler
d ₅₀	0.90	0.92	0.84
Siedebeginn °C	263	275	58
Vol.% - 200°C	0	0	30
" - 350 "	22	24	80

Ferner entstanden stündlich etwa 50 m³ Restgas, geringe Menge an Teer und während 24 Stunden etwa 0.8 to Koks. Eine Zeichnung der Apparatur folgt.

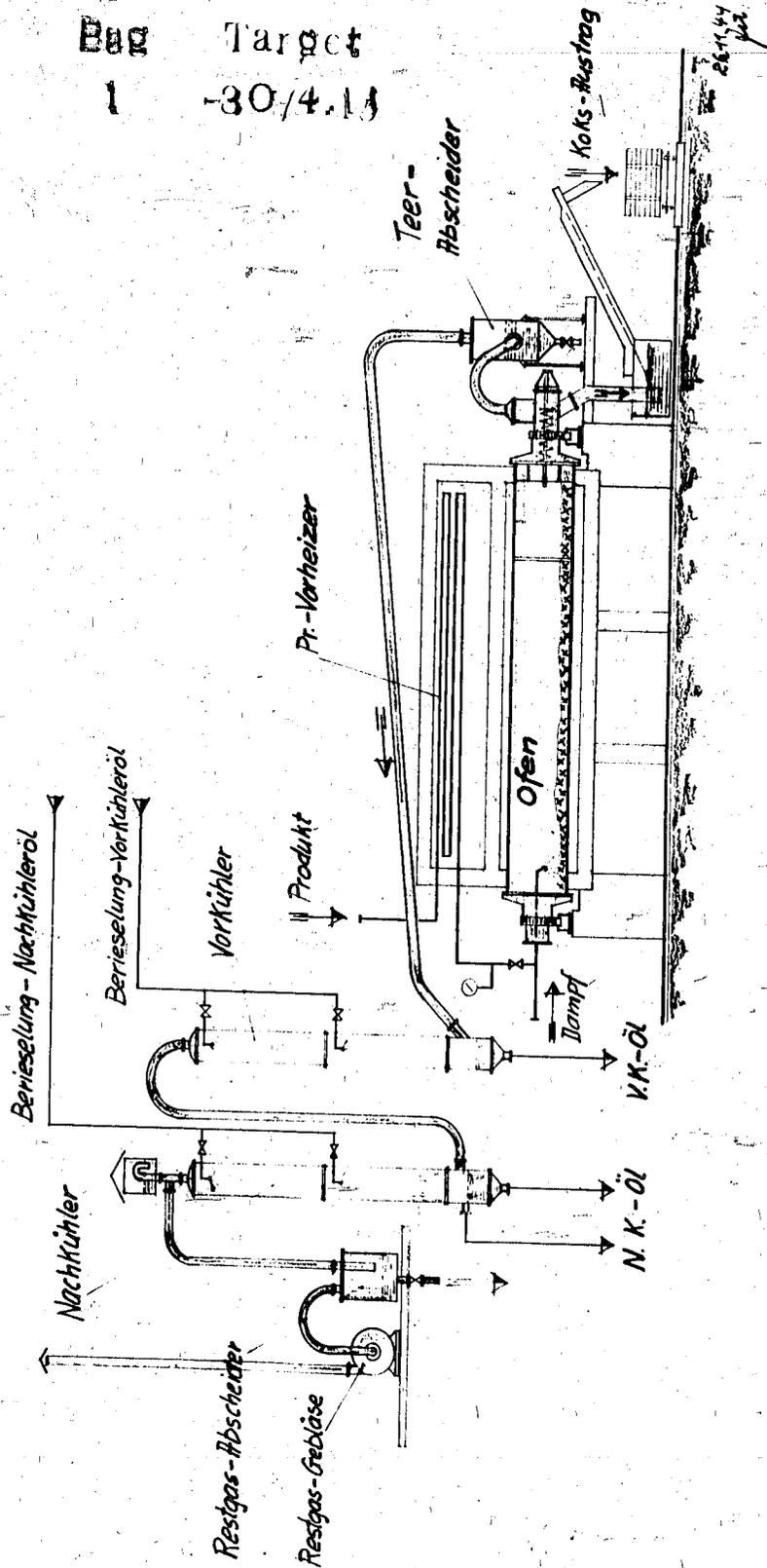
(Dr. Steffen)

Pölitz, den 2. Dezember 1944

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

01076

Bag Target
1 -30/4.13



01077

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 14. November 1944 Mo.
BR/Stf.

Bag Target
1 -30/4.13

Betrieb Rückstand

Aktenvermerk

Betr.: Crackversuche im Schwelofen
Bericht für die Zeit vom 24. 10. bis 8.11. 1944.

Zusammenfassung:

Schwelofen IX wurde nach technischen Abänderungen für Versuche zum Cracken von Erdölrückständen auf Koks eingesetzt. Am 2. 11. wurde das erste Crackbenzin erzeugt. Der Ofen ist seitdem in Betrieb und läuft mit einer Belastung von 2 m³ Rohprodukt pro Stunde bei Temperaturen von 550°C. Die bisherigen Ergebnisse sind erfolversprechend.

Auswertung:

- 1) In der Schweltrommel, die bei Drücken von 40 mm Wassersäule gefahren wird, wurde Erdölrückstand bei Temperaturen von 530 und 550°C gcrackt. Neugebildet wurden Crackgas, Benzin, Gasöl und Koks.
- 2) Der Koks fällt hauptsächlich in Pulverform an und wird ausge-tragen. Aus apparativen Gründen muss zur Zeit der Ofen periodisch auf Koksaustrag gefahren werden. Abänderungen zum kontinuierlichen Ausbringen des Kokeses sind in Arbeit.
- 3) Die vorhandene Kondensationsanlage, die für hochsiedende Öle erstellt ist, genügt nicht, das anfallende Benzin ganz zu kondensieren. Abänderungen sind veranlasst.
- 4) Auf Grund der bisherigen Ergebnisse wird Schwelofen X zum Cracken umgebaut und soll am 22. November in Betrieb gehen.
- 5) Bei einmaligem Durchsatz wurden bisher neugebildet etwa 5 % Benzin -200°C und 10 % Gasöl von 200 - 350°C siedend.

01078

- A) Entwicklung: Auf Vorschlag von Herrn Direktor Dr. Wissel wurden Versuche begonnen, um in einem der Schmelöfen des Betriebes Rückstand aus Erdölrückständen Benzol und Gasöl zu erzeugen. Zu dem Zweck wurde der Schmelofen IX, ein Kugelofen, in der Zeit vom 24. - 30. 10. umgebaut.

Es war erforderlich, die Verweilzeit der dampfförmigen Kohlenwasserstoffe ^{in der Trommel} zu verlängern, um die bei drucklosem Cracken bei Temperaturen von etwa 550° erforderliche Reaktionszeit zu erzielen. Deshalb wurde der Waschkopf am Eingang des Schmelofens entfernt. An den Schaulöchern seitwärts der Schnecke am Ausgang des Ofens wurde für die abziehenden Produkte ein Hosenrohr angeschlossen. Dieses wurde über einen Abscheidertopf von etwa 200 l Inhalt mittels einer 300er Leitung mit der Vorkühlerkolonne verbunden. Diese Anordnung zwingt die Kohlenwasserstoffdämpfe den gesamten Ofen zu durchströmen. Beigefügte Skizze zeigt den normalen und den für die Crackung umgebauten Schmelofen.

- B) Versuche: Am 30. 10. wurde aufgeschmolzen und Erdölrückstand durch den Vorheizler gefahren. Dieser wurde auf maximal 350°C erhitzt. Im Vorheizler wurde für 24 Stunden ein Druck von 4 atm und für weitere 24 Stunden ein Druck von 8 atm gehalten. Bei diesen Bedingungen trat, wie Untersuchungen zeigten, in den etwa 110 m langen berippten Vorheizlerrohren bei einem Stundendurchsatz von 2 m³ keine Crackung auf.

Versuch 1.

Anschließend wurde die Trommeltemperatur auf 530°C gebracht und eine Stundenmenge von 1.7 m³ eingespritzt. Eine Crackung war zu erkennen. Es wurde ein Vorkühlerprodukt erhalten, das dem Siedeverhalten nach dem Rohprodukt gleicht und ferner ein Nachkühleröl. Das Nachkühleröl enthielt etwa 10 Vol.-% bis 200° und 58 Vol.-% bis 350°C. siedend. Somit wurden Benzol und Gasöl neugebildet. Ferner entstand stündlich eine Gasmenge von etwa 50 m³.

Versuch 2.

Dieser analog des vorherigen über 24 Stunden gefahrene Versuch brachte für das obige Ergebnis die Bestätigung. An Benzolneubildung wurden etwa 4.5 % und an Gasöl von 200 bis 350° siedend, etwa 7 Vol.-% erhalten. Infolge der hohen Temperaturen im Nachkühler, die bei 50 - 65° lagen, konnte ein Teil des Benzols nicht kondensiert werden, so dass die tatsächlichen Aus-

Ausbeuten über diesen Werten liegen.

1 L-30/4.13

Versuch 3.

Anschliessend wurde die Trommeltemperatur auf 550°C bei gleichem Durchsatz gesteigert. Bei diesem Versuch trat der Zeitpunkt ein, bei dem die Trommel mit Koks gefüllt war. Plötzlich verstopfte sich das Hosenrohr, so dass auf Kreislauf gestellt werden musste. Das Öffnen der Schnecke zeigte, dass diese vollkommen frei war, dagegen war das Hosenrohr durch Koks verstopft, während die grösste Menge Koks in Pulverform im Teerfänger gefunden wurde. Die Strömung der durch das Hosenrohr abziehenden Dämpfe hatte den Koksstaub mitgerissen. Nach Reinigung der Rohre und des Teerfängers wurde der Versuch fortgesetzt und erreichte 36 Betriebsstunden. Im Nachkühleröl wurden 15 % Benzin trotz der hohen Nachkühlertemperatur von $60 - 90^{\circ}\text{C}$ gefunden. Somit war, wie erwartet, bei 550° die Spaltung stärker. Der Koks enthält etwa 15 % benzollösliche Bestandteile.

Als Ergebnis dieses Versuches war festzustellen, dass die Trommel den Koks zumeist in Pulverform ausstösst. Es gilt nur, dafür Sorge zu tragen, dass die Geschwindigkeit der abziehenden Dämpfe an der Schnecke soweit herabgesetzt wird, dass Koks in den Austragkasten fällt, während die Dämpfe zur Kondensation abziehen.

Versuch 4.

Um die Apparatur weiter zu fahren, wurde im folgenden Versuch der Koks diskontinuierlich ausgestossen. Die Trommeltemperatur betrug 550° und der Durchsatz $2.4 \text{ m}^3/\text{h}$. Zum diskontinuierlichen Ausstossen des Kokses wurde nach 20 Betriebsstunden auf Kreislauf gestellt und die Trommel für 2 Stunden trocken gefahren. Dann wurde die Drehzahl dieser, die bisher etwa eine Umdrehung pro Minute betragen hatte, für 2 Stunden auf 8 Umdrehungen erhöht. Dadurch wurde ein Teil des Kokses ausgestossen und über das Kratzband abgegeben. Nach zweistündigem Austrag wurde wieder eingespritzt. Dies Koks ausstossen wurde nach weiteren 20 Stunden wiederholt, wobei das Trockenfahren auf 1 Stunde und das Fahren mit hoher Drehzahl auf ebenfalls 1 Stunde beschränkt wurde.

Insgesamt lief der Versuch über 50 Stunden, wovon die Apparatur für 44 Stunden auf Produktion gefahren wurde. Die Nachkühlertemperatur wurde auf $40 - 50^{\circ}\text{C}$ gehalten. Um dies zu erreichen, musste die Temperatur im Vorkühler auf unter 150° gesenkt werden.

1-30/4.13

Dadurch wurde eine grössere Menge Vorkühleröl und eine geringe Menge Nachkühleröl erhalten. Letzteres wies jedoch 36 Vol. % an Benzol bis 200° und 81, Vol. % an bis 350° siedende Produkte auf. An Neubildung wurden 7.5 Vol. % Benzol und zusätzlich 8.6 Vol. % Gasöl erhalten.

Dem Koksprodukt wurden 0.5 Gew. % Soda zugegeben. Ferner wurde bei allen Versuchen etwa 18 atm Dampf zum Zerstäuben des Produktes an der Einspritzung zugesetzt.

c) Schlussfolgerung. Als Ergebnis der obigen Versuche gilt es, um einen kontinuierlichen Koksaustrag zu erzielen, die Geschwindigkeit der an der Schnecke austretenden zur Kondensation ziehenden Dämpfe hier soweit herabzusetzen, dass der Koks nicht mitgerissen wird. Waren vorerst die in der Schnecke vorhandenen Schaulücher benutzt worden, um die Leitungen zur Kondensation anzuschliessen, so empfiehlt es sich, hier eine Beruhigungszone zu schaffen. Zu dem Zweck wird oben am Gehäuse der Schnecke gegenüber dem Koksaustragkasten ein Behälter mit einem Querschnitt von etwa 600 mm angesetzt, von dem aus die 300er Leitung zur Vorkühlerkolonne führt. In dieser Beruhigungszone wird die Geschwindigkeit der abziehenden Dämpfe auf etwa 1/10 der bisherigen herabgesetzt.

Zweitens gilt es, die vorhandene Kondensation für die Niederschlagung der leichtsiedenden Benzine zu verbessern. Aus der Schweltrommel gelangen die Dämpfe mit etwa 370°C in den Vorkühler. Dort aufsteigend werden sie vom Vorkühleröl niedergeschlagen, das über zwei Schlangenkühler gekühlt im Kreislauf entgegengefahren wird. Die Temperatur dieses Vorkühlerwaschöles kann durch die Kühler stärker variiert werden. Wird die Temperatur bei 300°C gehalten, so fällt in der Vorkühlerkolonne ein Öl an, das siedemässig dem Rohprodukt gleicht und etwa 29 % an unter 350°C siedenden Produkten aufweist. Wird die Temperatur des Vorkühleröles auf etwa 150° gesenkt, so enthält es rund 30 % an bis 350°C siedenden Kohlenwasserstoffen, also einen grossen Teil des entstandenen Gasöles.

Vom Vorkühlerkopf treten die Dämpfe mit 300 bzw. 150° in den Nachkühler. In diesem, ebenfalls einem Waschturm ohne Füllkörper, werden die tiefer siedenden Fraktionen in analoger Weise durch Berieselung mit Nachkühleröl niedergeschlagen.

Bag Target

1 -30/4.13

- 5 -

Die Temperatur des Nachkühleröles, das über einen Imperialkühler geführt wird, ist durch die Leistung dieses und die Temperatur der vom Vorkühler abziehenden Dämpfe bestimmt. Haben letztere Temperaturen von 300° , so kann die Temperatur im Nachkühler nur auf etwa 70° gesenkt werden. Somit geht im Vorkühlerbehälter, in den diese Produkte fließen, durch das Überdachrohr ein grosser Teil der Benzine verloren. Hat das Vorkühleröl Temperaturen von 150°C , so gelingt es, die Temperatur des Nachkühlers auf etwa 45° zu drücken. Versucht man, diese Temperatur weiter herabzusetzen, so verliert der Restgaskamin hinter dem Nachkühler, durch den die erzeugten Crackgase über Dach abgeführt werden, seine Zugwirkung. Demzufolge entsteht in der Trommel ein zu hoher Druck, so dass die Dämpfe durch die Tauchung von 400 mm Wassersäule des Koksaustrages ins Freie treten. Das Abziehen der Restgase muss somit bei Temperaturen unter 45°C durch Sogwirkung erzeugt werden.

Zu dem Zweck soll ein vorhandenes Restgasgebläse eingesetzt werden. Damit dürfte es gelingen, die Temperatur des Nachkühlers auf 20° zu drücken, sodass wesentliche Benzinverluste nicht eintreten. Aber auch dann kann in dem Waschturm nicht die Fraktionierung erzielt werden, die nötig ist. Denn auch dann wird ein Teil des gebildeten Gasöles im Vorkühlerprodukt anfallen. Es ergibt sich dann vorerst folgende Fahrweise:

Das Produkt des Vorkühlers wird als Rückführung dem Frischprodukt zugesetzt und in den Ofen zurückgegeben. Das Produkt des Nachkühlers wird durch die Temperatur im Vorkühler so eingestellt, dass es einen möglichst geringen Anteil an über 350°C siedenden Kohlenwasserstoffen enthält (etwa 95% bis 350° siedend). Ferner wird durch tiefe Temperaturlage des Nachkühlerproduktes von etwa 20° das erzeugte Benzin im Nachkühleröl abgeführt. Das Nachkühleröl, dann hauptsächlich aus Benzin und Gasöl bestehend, wird abgegeben. Nachstehend werden die Hauptdaten der Versuche aufgeführt.

- Tabelle -

- 6 -

01082

Bag Target
1 -30/4.13

- 6 -

Tabelle der Versuche

Versuch Nr.	1	2	3	4
Dauer, Stunden	18	24	36	44
Temperaturen °C				
Trommel	530	530	550	550
Vorkühler-Kopf	300	330	100-280	150
Nachkühler-Sumpf	70	65	60-90	50
Roheinsatz m ³ /h	1.7	1.7	1.7	2.4
Analysen	Rehprodukt	Produkt aus Vork.Nachk.	Produkt aus Vork.Nachk.	Produkt aus Vork.Nachk.
Siedebeginn °C	247	268 110	250 96	224 110
Vol.% -200 "	-	10.0	12.0	15.0
" -350 "	22	18.5 58.0	18.0 65.0	26.5 59.0
Gefähre Neu- dung Vol.%				
B1 -200 °C	5.0	4.5	7.0	7.5
B1 200-350 °C	10.0	7.0	7.1	8.6
Gesamt:	15.0	11.5	14.1	16.1

Aus der Bilanz, die über die Tage vom 2.- 8. 11. aufgestellt wurde, ist zu erkennen, dass 6.4 % Benzin und 10 % Gasöl in den Versuchen neugebildet werden.

(Dr. Steffon)

HYDRIERWERKE PÜLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Anlagen.

01083

Anhang

Bag - Target

1 - 30/4.13

Versuch I

Zeit : 2. 11. 15^h bis 3. 11. 9^h

Dauer: 18 Stunden

Verlauf: keine Störungen

Fahrbedingungen: Temp. Vorheizser Ausgang El. 07 : 385°C

Trommel El. 10 - 13 : 530 "

Kondensation: Vorkühler Sumpf El. 21 : 330 "

" Kopf El. 22 : 300 "

Nachkühler Kopf El. 26 : 45 "

Sumpf El. 23 : 70 "

Druck : Vorheizser 4 atm

Trommel 40 mm H₂O Säule

Durchsatz an Erdölrückstand : 1.7 m³/h

Analysen :

Produkte von :

	Rohprodukt	Vorkühler- Sumpf	Nachkühler Sumpf	Nachkühler Kopf
d ₅₀	.89	.90	.85	.77
Siedebeginn °C	247	268	110	108
-150°C Vol.-%			5	28
-200 " "			10	65
-250 " "			15	83
-300	5.5	1.5	34	87.5
-350	22.0	18.5	58	
Mengen m ³ ca	32	12.6	16	unter 1

Auswertung:

Es wurde kein Koks ausgetragen, da die Trommel noch nicht damit gefüllt war. Am Restgas fielen stündlich etwa 50 m³ an. Eine Neubildung an Benzol, Gasöl und Crackgas ist zu erkennen. Die Sumpftemperatur des Nachkühlers von 70°C ist zu hoch, so dass ein Teil des Benzins im Nachkühlerbehälter verdampft, ebenso geht wegen zu hoher Temperaturen des Nachkühlerkopfes ein Teil des Benzins mit dem Restgas verloren.

Bilanz: Neubildung etwa : 5 % B1 -200°C
10 % Gasöl 200-350°C
ferner: Restgas + Koks.

Bag Target
1 -30⁻²/4.13

Versuch II

Zeit: 3. 11. 9^h bis 4. 11. 9^h
 Dauer: 24 Stunden
 Verlauf: keine Störungen
 Fahrbedingungen: Ofen-Temp. Drücke + Durchsatz wie Versuch I.
 Kondensation Temp.

Vorkühler	Kopf	El. 21	330°C
	Sumpf	El. 22	280 "
Nachkühler	Kopf	El. 26	50 "
	Sumpf	El. 23	65 "

Produkt aus:

Analysen:	Rohprodukt	Vorkühler		Nachkühler	
		Sumpf	Sumpf	Kopf	Kopf
d ₅₀	.90	.89	.84		
Siedebeg. °C	248	250	96		76
-100°C Vol. %					5.0
-150			4.0		42.0
-200			12.0		69.0
-250			21.0		76.0
-300	5.0	4.0	39.0		80.0
-350	22.0	18.0	65.0		86.0
Mengen m ³	40	20.8	15.2		unter 1

Auswertung:

Wie bei Versuch I noch kein Koksaustrag. Die Temperaturen der Nachkühlerkoloane liegen für El. 26 noch höher als in Versuch I.

Bilanz: Neubildung: etwa : 4.5 % B1 -200°C
 7.0 % Gasöl 200-350°C
 ferner : Restgas + Koks

(Siehe Analysen des Hauptlabors)

- 3 -
 Bag Target
 1 -30/4.13
 6. 11. 44

Versuch II

Untersuchung Tages- ϕ -Proben von Bau 280 (BR)

Probeneingang: 3.11. 44 - 4.11.44 (über 24 Stunden von 9 - 9^h)

	Einspritz- produkt	Vorkühleröl	Nachkühleröl	
			Sumpfprodukt	Kopfprodukt
spez. Gew./50°C	0.902	0.887	0.862/20°	0.819/20°
A.P.	-	-	-	+ 31.0°C
Festes	0.5 %	0.2 %	0.1 %	0.03 %
Siedekurve				
Siedebeginn	264°	251°	100°	90°
10 Vol. %	331	330	198	115
20 "	-	-	242	126
30 "			276	135
40 "			302	144
50 "			325	155
60 "			343	171
70 "			-	191
80 "				236
90 "				339
-350°C	17 %	20%	64%	92 %
Viskosität	6.5°E/50	2.9°E/50	1.65°E/20	1.13°E/20
Bromzahl	12.5	16.0	25.0	22.0

Hauptlabor
 Bez. Fruhwirth.

Bag Taigt

1 - 30/4.13

Versuch III

Zeit: 4. 11. 9^h bis 6. 11. 9^h
Dauer: 36 Stunden. Es wurden 12 Stden (5. 11. um 3^h bis 6. 11. 15^h) für das Freimachen des Teerfängers und Hosenrohres von Koks benötigt.
Verlauf: Das Hosenrohr am Schneekenaustrag der Trommel setzte sich nach 62 Fahrstunden mit Koks zu. Der Ofen bekam Überdruck und wurde auf Kreislauf umgestellt. Beim Öffnen des Schneckenkopfes wurde festgestellt, dass die Schnecke vollkommen frei war, aber die Hosenrohre, durch welche die Produktdämpfe zur Kondensation abziehen, verstopft waren. Diese wurden von Koksstücken und Koksstaub befreit. Grosse Mengen Koksstaub befanden sich im Teerfänger und in der dort zur Kondensation gehenden 300er Leitung. Der Koksstaub wurde durch den Schieber am Boden des Teerfängers ausgebracht. Nach 12 Stunden, die für diese Arbeiten nötig waren, wurde wieder eingespritzt.

Fahrbedingungen:

Temp. Vorh. Ausg. El. 07 : 300°C
 Trommel El. 10-13 : 550 "
 Kondensation: Vork.Sumpf El. 21: 100-330°C
 " Kopf " 22: 100-280 "
 Nachk.Kopf " 26: 60- 80 "
 " Sumpf " 23: 60- 90 "
 Druck: Vorheizer : 4 atm
 Trommel : 40 mm H₂O Säule
 Durchsatz an Erdölrückstand 1.7 m³/h

Analysen:	Rohprodukt	Produkt aus		
		Vorkühler Sumpf	Nachkühler Sumpf	Nachkühler Kopf
d ₅₀	.90	.88	.83	.79
Siedebeginn °C	205	224	110	70
-100 °C Vol.-%	-	-	-	60
-150 " "	-	-	6.5	47.0
-200 " "	-	-	15.0	68.0
-250 " "	2.0	2.0	23.0	76.0
-300 " "	7.0	7.5	35.5	81.0
-350 " "	24.0	26.5	59.0	88.5
Mengen m ³	58	32.2	26.3	?

Auswertung: Der Koks fällt in Staubform an und kann ausgetragen werden. Er setzt die Schnecke nicht zu. Bei der hohen Strömungsgeschwindigkeit im Hosenrohr (etwa 3 m/sec.) wird er von den Dämpfen mit in die Kondensation gerissen. Eine Beruhigungszone, in der die Strömungsgeschwindigkeit unter 0,5 m/sec beträgt, ist oberhalb der Koksaustragsschnecke anzubringen, um den Koks aus den abziehenden Öldämpfen abfallen zu lassen.

Das kurzzeitige Tieferfahren der Temperatur der Vorkühlerkolonne bis auf 100°C war ohne nennenswerten Einfluss auf das Siedeverhalten des ausgebrachten Vorkühleröles. Die hohen Temperaturen des Nachkühlers, die noch gefahren werden mussten, um Zug für die abziehenden Restgase und ein stossfreies Arbeiten der Trommel zu erzielen, verhinderten die Kondensation des erhaltenen Benzins. Auch in diesem Versuch liegen daher die Bilanzwerte für das ausgebrachte Benzin zu tief.

Bilanz: Neubildung : mehr als 7 % B1 -200°C
 und 7.1 % Gasöl 200 - 350°C
 ferner Koks + Restgas

Bag Target
1 -30/4.13

Versuch IV

1 -30/4.13

Zeit : 6. 11. 9^h bis 8. 11. 11^h.
 Dauer : 44 Stunden
 Verlauf: Am 6. wurde von 10 - 12^h trocken gefahren und von 12-14^h Koks durch Einsatz höherer Drehzahl der Trommel ausgestossen. Am 7. waren diese Zeiten von 10 - 12^h.
 Sonst keine Störungen.

Fahrbedingungen:

Temp. Vorh.	Ausgang:	El. 07 :	300 - 350°C
	Trommel	El. 10-13:	550°C
Kondensation	Vork. Sumpf	El. 21:	170 "
	" Kopf	El. 22:	150 "
	Nachk. Sumpf	El. 23:	52 "
	" Kopf	El. 26:	45 "

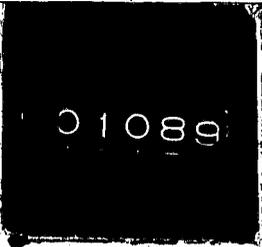
Druck : wie Versuch III.

Durchsatz: 2.4 m³/h

Analysen :	Rohprodukt	Produkt aus		
		Vorkühler Sumpf	Nachkühler Sumpf	Nachkühler Kopf
d ₅₀	0.890	.891	.831	.748
Siedebeginn °C	140	230	92	90
-150°C Vol. %	1.-		16	61
-200	2.-		36	83
-250	2.5	2.0	56	87.5
-300	8.-	10.0	69	-
-350	21.5	31.5	81	-
Mengen m ³	107 m ³	71.1	16.2	

Bilanz: Neubildung 7.5 % B1 -200°C
 8.6 % Gasöl 200-350°C

Der hohe Anfall an Vorkühleröl ist durch die tiefen Temperaturen im Vorkühler bedingt.



Bag Taigt

Produktbilanz (2. - 8. 11. 44) 30/4.13 - 7 -

A. Produkte

Rohprodukt an Schwelerei :	206 m ³ (80°C)	= 180 to
Erhalten :		
Vorkühleröl :	125 m ³ (180°C)	= 100 to
Nachkühleröl :	66 m ³ (50°C)	= 56 to
Teerfängeröl :	ca 4 m ³	= 3.6to
Restgas (45 m ³ /h) :		= 6.5to
Koks (2 % d.Rohproduktes)		= 4.0to
Summe:		= 170.1 to
In Apparatur 280 (Füllung) ca		= 5.0 to
Verlust		= 4.9 to
Summe :		180.0 to

B. Bilanz

	Eingebracht :	Ausgebracht :	
Produkt über 350°C	141.5 to	91.6 ¹⁾ to	51.0 %
Gasöl 200-350°C	38.5 to	56.5 ²⁾ to	31.4 %
Benzin -200°C	0.0 to	11.5 to	6.4 %
Gas	0.0 to	6.5 to	3.6 %
Koks	0.0 to	4.0 to	2.2 %
Verlust		4.9 to	2.6 %
Apparatefüllung		5.0 to	2.8 %
	180.0 to	180.0 to	= 100.0

8.4

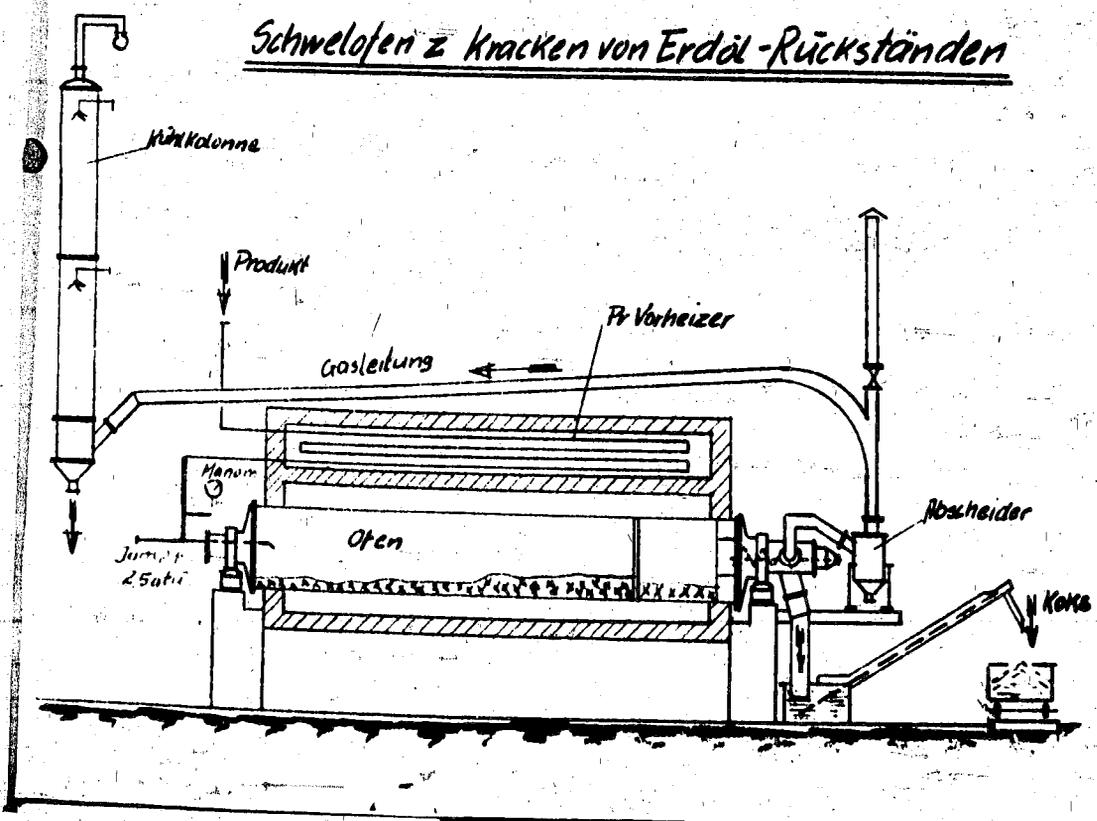
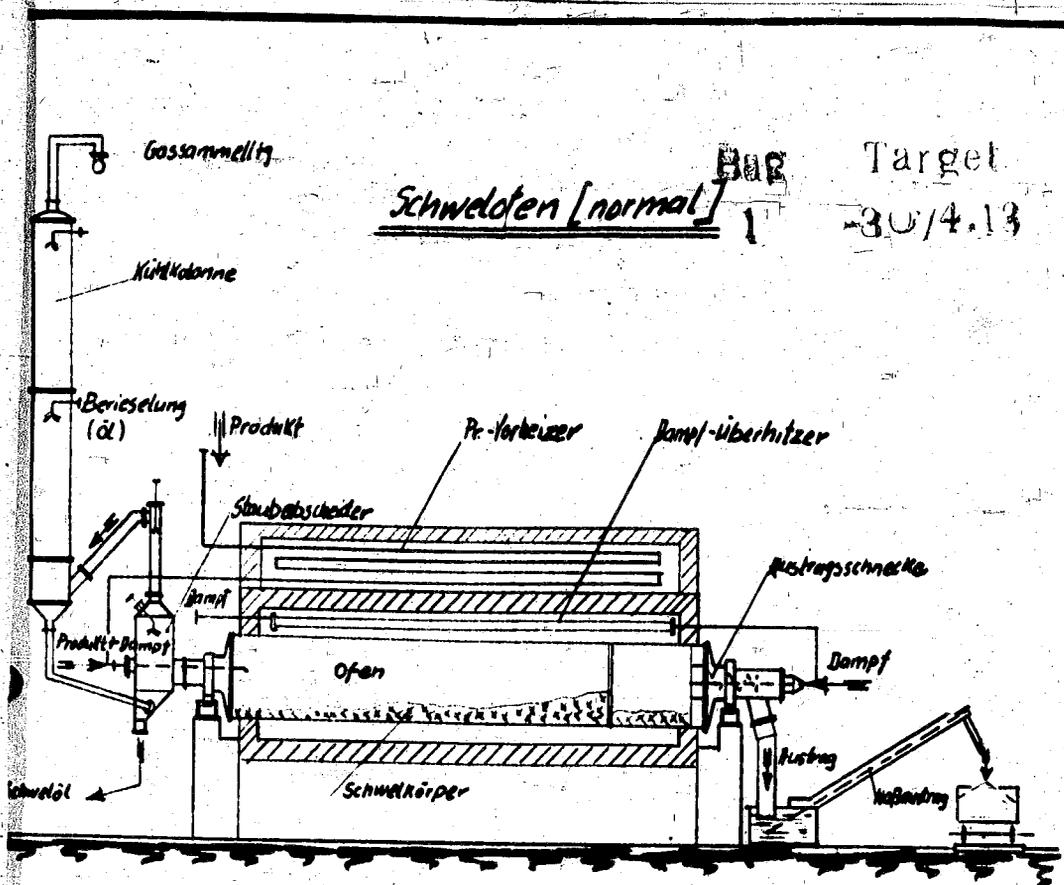
1) 75 to im Vorkühleröl, 13 to im Nachkühleröl, 3.6 to im Teerfängeröl

Summe : 91.6

2) 25.0 to im Vorkühleröl, 31.5 to im Nachkühleröl Summe: 56.5 to

Neubildung: Gasöl : 18.0 to = 10.0 %

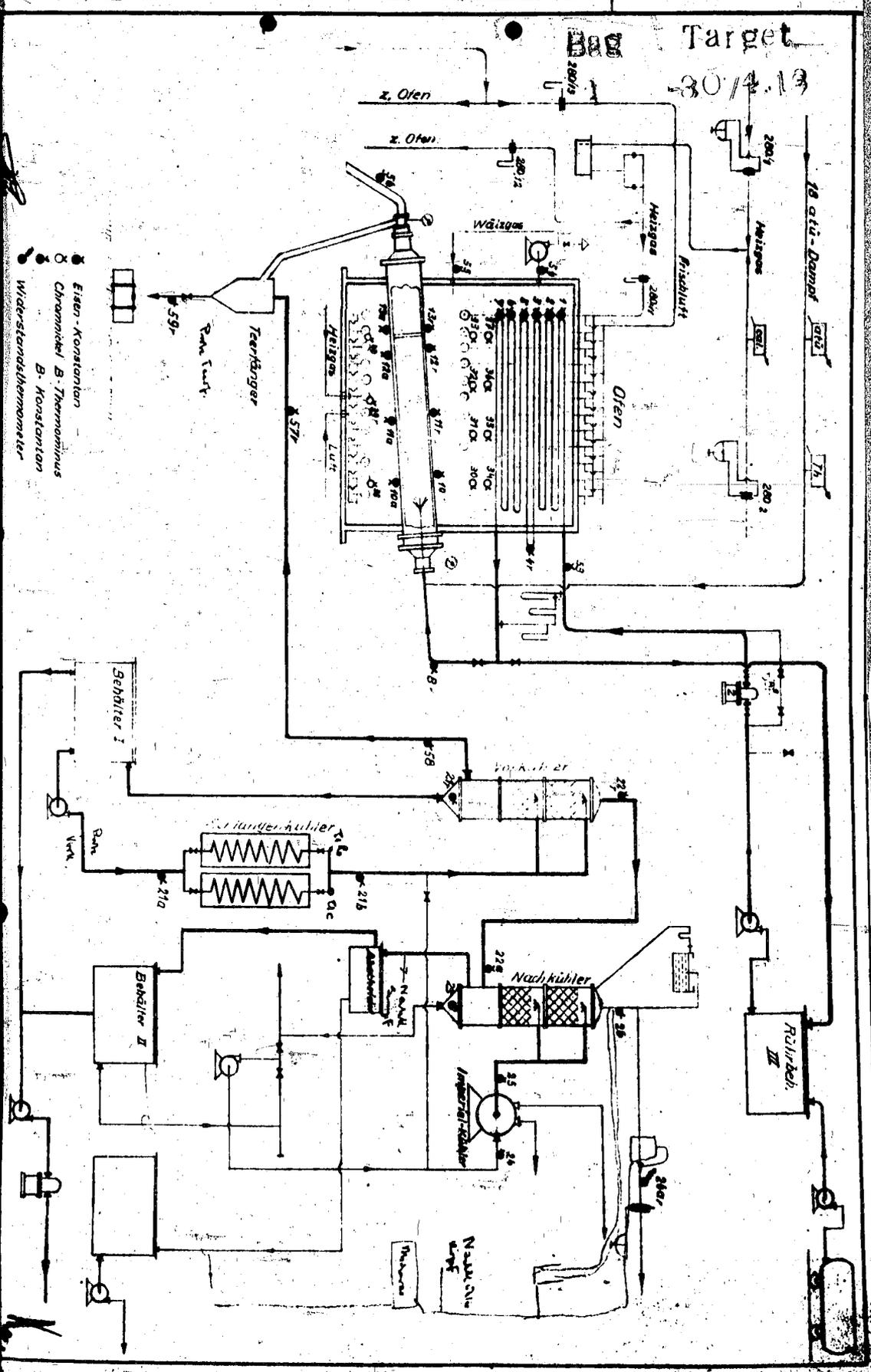
Benzin : 11.5 to = 6.4 %



15010

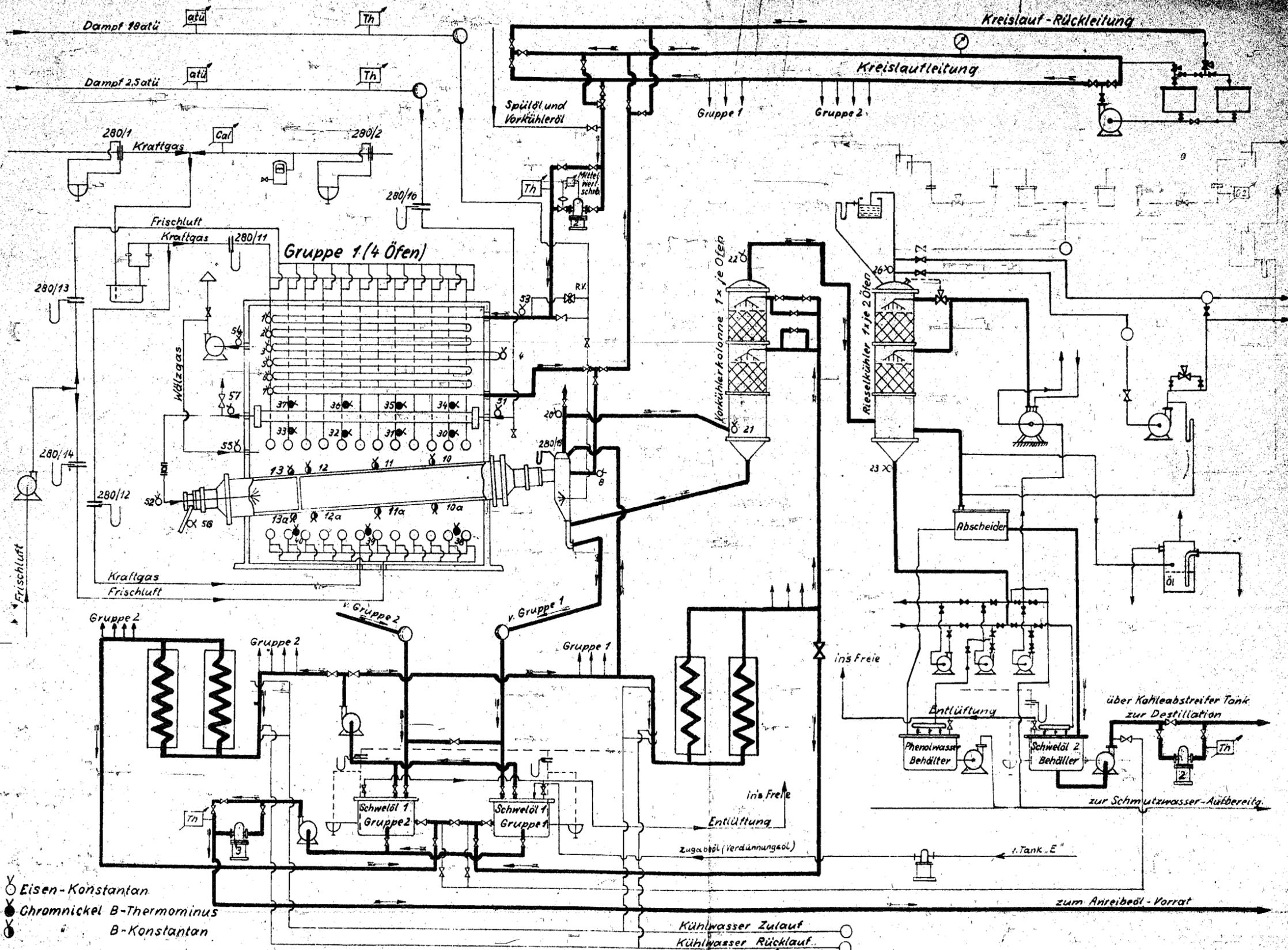
Target

30/4.13



- Eisen-Konstantan
- Chromnickel-B-Thermoporus
- B-Konstantan
- Widerstandsthermometer

28010



11.11.40 *geändert* 8.10.43 **Betriebskontrolle Schema der Schwelerei Bau 280**

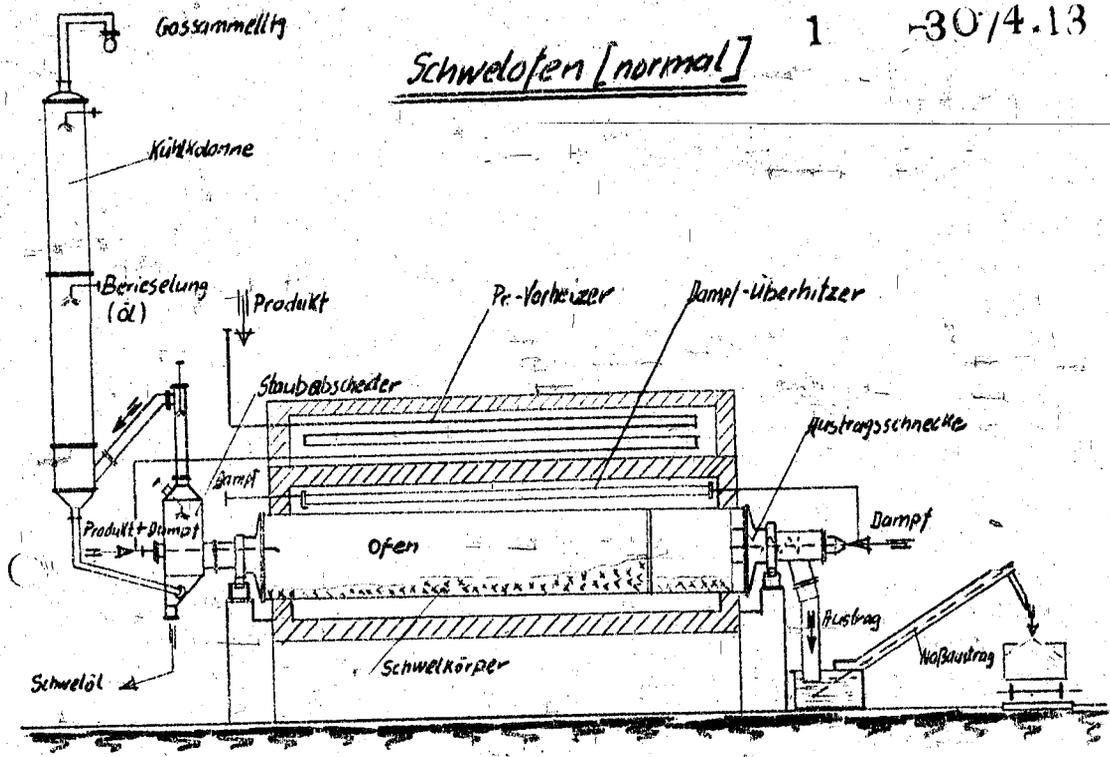
Betriebskontrolle
Stett. 315

P 391a-8

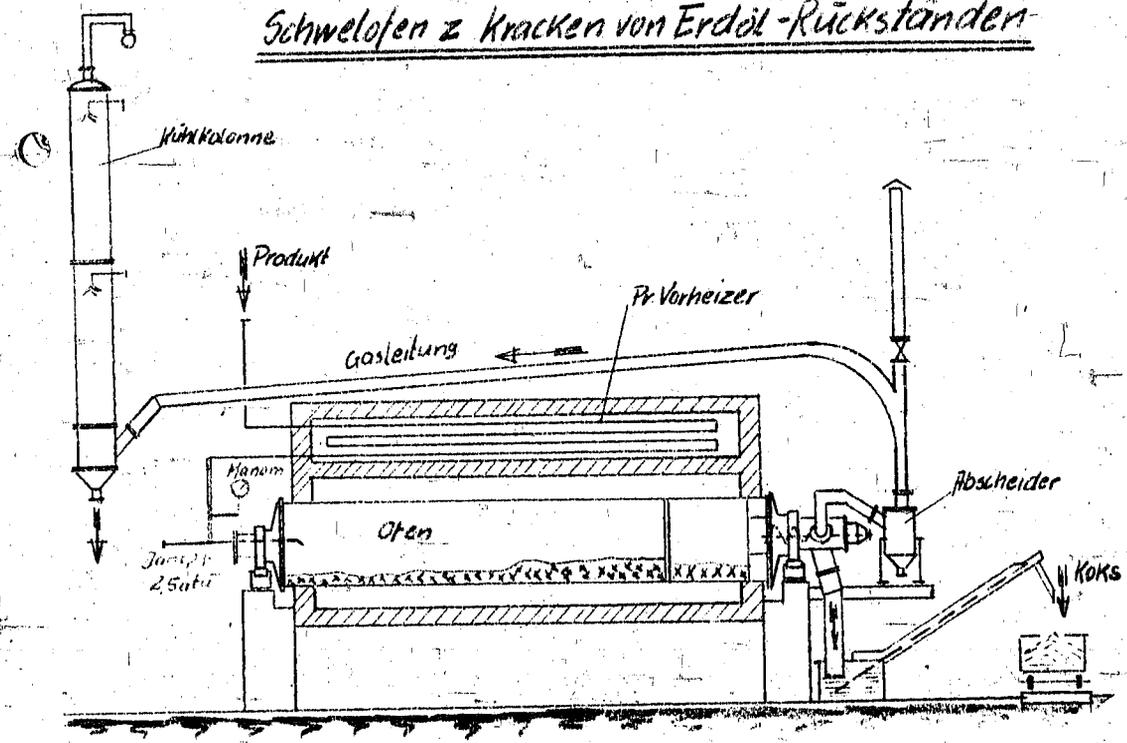
01093

Bag Target
1 -30/4.13

Schwelofen [normal]



Schwelofen z Kracken von Erdöl-Rückständen



01094

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 23. Nov. 1944 Mo.
BR/Stf.

Betrieb Rückstand
Aktenvermerk

Bag Target
1 - 30/4.13

Betr.: Krackprozess Pölitz.

Zur Erzeugung tiefsiedender Kohlenwasserstoffe aus hochsiedenden haben Krackverfahren Verwendung gefunden. Unter dem Einfluss hoher Temperaturen werden bei diesen unter erhöhtem oder atmosphärischem Druck Benzine durch Aufspaltung von Gasöl oder noch höhersiedenden Produkten gewonnen. Da bei der Spaltung neben tiefsiedenden Fraktionen in geringeren Mengen hochsiedende Teere anfallen und da diese leicht zur Verkokung neigen, war es erforderlich, um lange Betriebszeiten zu erreichen, diese Teere aus dem Prozess abzuführen und nur Destillate durch die Krackzone zu schicken, andernfalls trat Koksbildung auf und die Notwendigkeit, die Apparate von diesen zu reinigen. Die meisten in der Technik angewandten Krackverfahren spalten Destillate und vermeiden den Anfall von Koks. Sie sind somit auf aspaltfreie, möglichst wasserstoffreiche Produkte beschränkt.

Es war jedoch das Bestreben, Verfahren zu entwickeln, die die reichlich vorhandenen, asphaltführenden Rückstandsöle und Teere verarbeiten und ein Kracken auf Koks gestatten. Der dabei anfallende Koks ist aschefrei und findet ein weites Anwendungsgebiet, wie zur Herstellung von Elektroden. Die bisherigen auf Koks krackenden Verfahren sind durchweg diskontinuierlicher Art. Der Koks verbleibt in der Apparatur und muss nach der Unterbrechung des Prozesses ausgebracht werden. Diese Arbeitsweise hat in der Technik nur beschränkt Anwendung gefunden.

Es wird ein Verfahren beschrieben, das in der Praxis bewiesen hat, Rückstandsöle auf Koks zu kracken, wobei der Koks in einer solchen Form anfällt, die kontinuierlich aus der Apparatur ausgetragen wird. Zu dem Zweck werden die vorerhitzten Produkte in einen beheizten, rotierenden Krackofen geschickt, der mit Mahlkörpern gefüllt ist. Diese Mahlkörper zerkleinern den Koks. Der Koks-

staub

01095

staub wird einer Schnecke zugeführt, die ihn kontinuierlich ausbringt. Diese Arbeitsweise wurde zunächst für ein Kracken bei atmosphärischem oder leicht erhöhtem Druck durchgeführt. Sie kann jedoch durch entsprechende Abänderung des rotierenden Ofens und des Austrages auf Kracken unter Druck angewandt werden. Weiterhin gestattet die Arbeitsweise den Zusatz von Kontakten, welche die Spaltung oder die Beschaffenheit des Kokes beeinflussen.

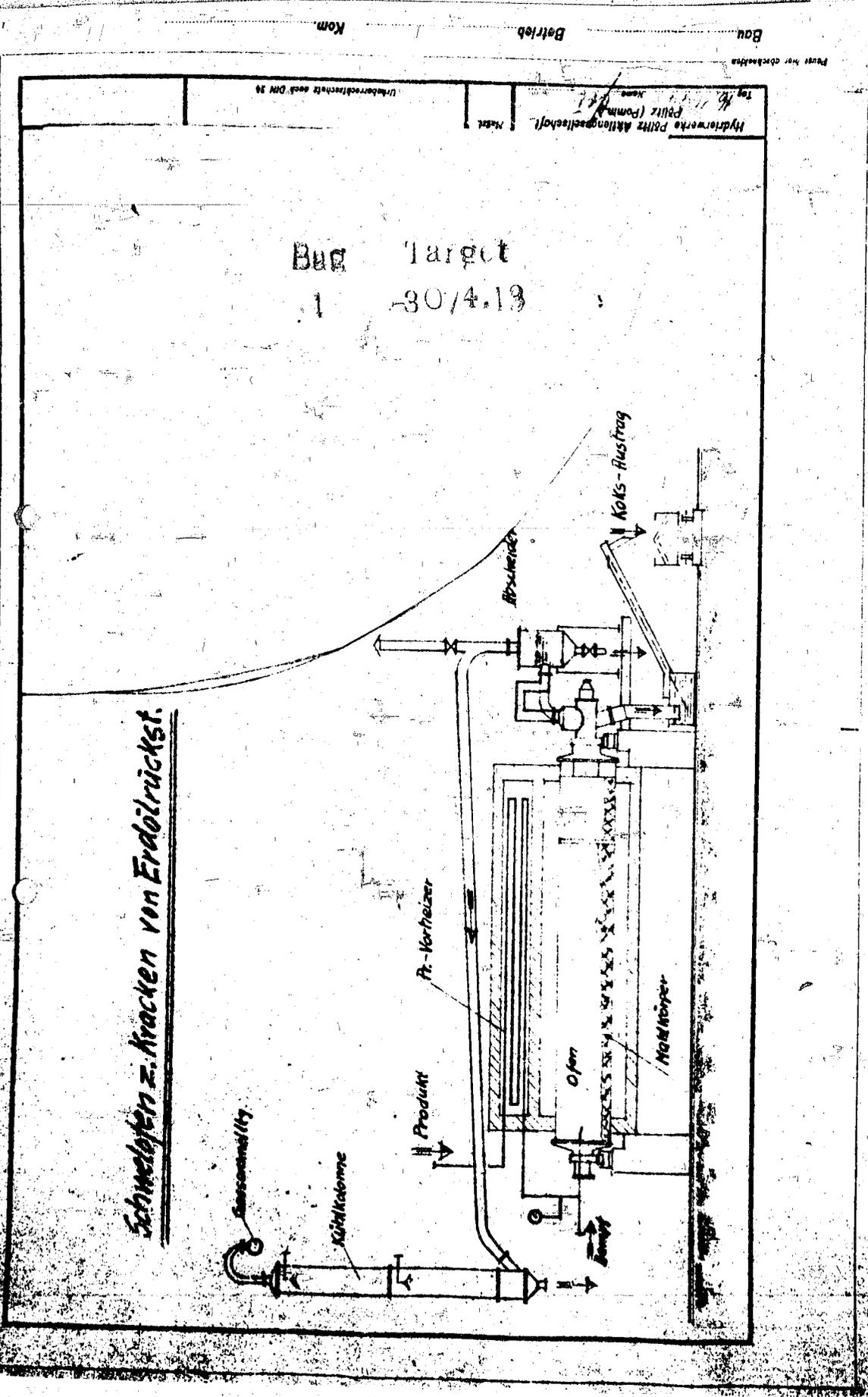
Nachstehend wird der Prozess an einem Beispiel beschrieben. In einer Erhitzerschlange werden die Flüssigprodukte unter Druck auf Temperaturen gebracht, bei denen keine nennenswerte Krackung auftritt. Anschliessend treten sie in den rotierenden Ofen. Dieser wird durch eine Gasfeuerung von aussen beheizt. Er enthält in seinem Innern Mahlkörper, die während des Rotierens sich bewegen und den Koks im Augenblick des Entstehens zerschlagen. Die dampfförmigen Produkte durchstreichen den Ofen und werden gespalten. Sie werden am anderen Ende des Ofens abgezogen und der Kondensationsanlage zugeleitet. In dieser entstehen durch entsprechende Fraktionierapparate ein schweres Rückstandsöl, ein Gasöl und ein Benzin. Am unteren Austragsende des Ofens wird der Koks abgeführt. Durch die Rotationswirkung der Ofentrommel wird der Koks seitwärts hochgezogen und durch entsprechende Austragsschaufeln in einen Schneckenausrag geworfen. Der Schneckenaustrag drückt den Koks dann über eine Tauchung ins Freie, von wo er mittels eines Förderaggregates abgegeben wird. Beiliegende Zeichnung erläutert die Arbeitsweise.

In dieser Apparatur wurden Rückstände aus Erdölen gekrackt, von denen 20 % unter 350° siedeten. Neben Krackgas, Benzin und Gasöl fiel ein schweres Öl an, das in den Prozess zurücklief, während der Koks in weitgehend trockener Form kontinuierlich ausgebracht wurde.

(Dr. Steffen)
HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

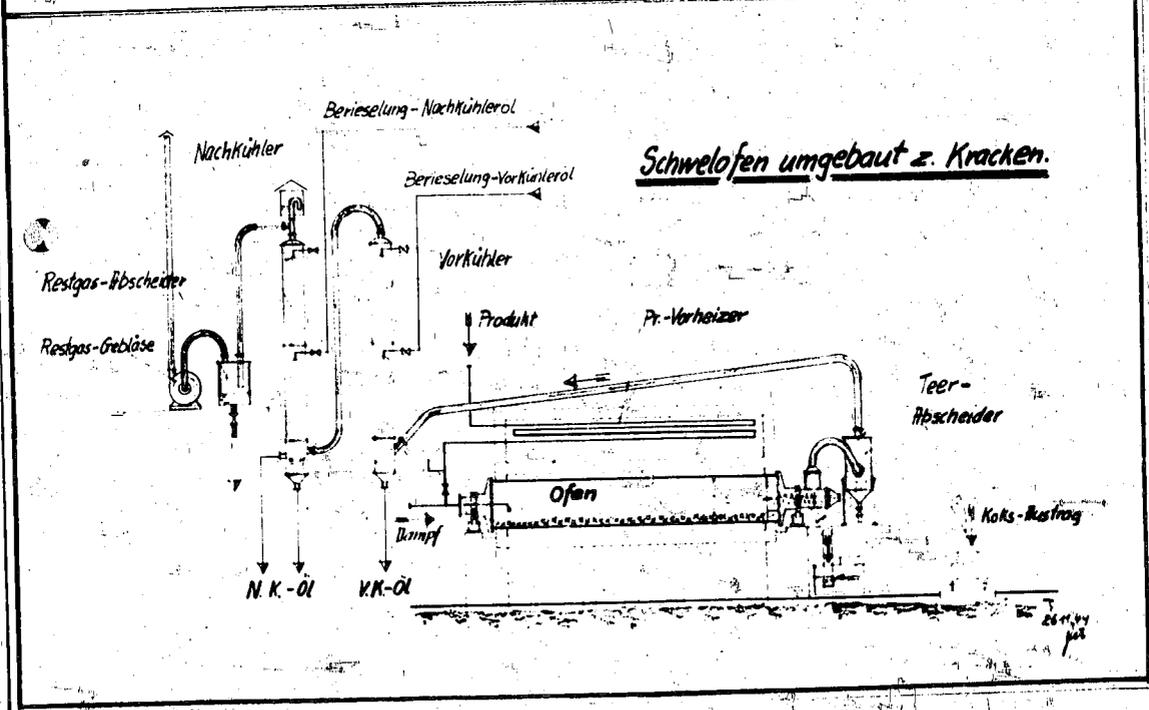
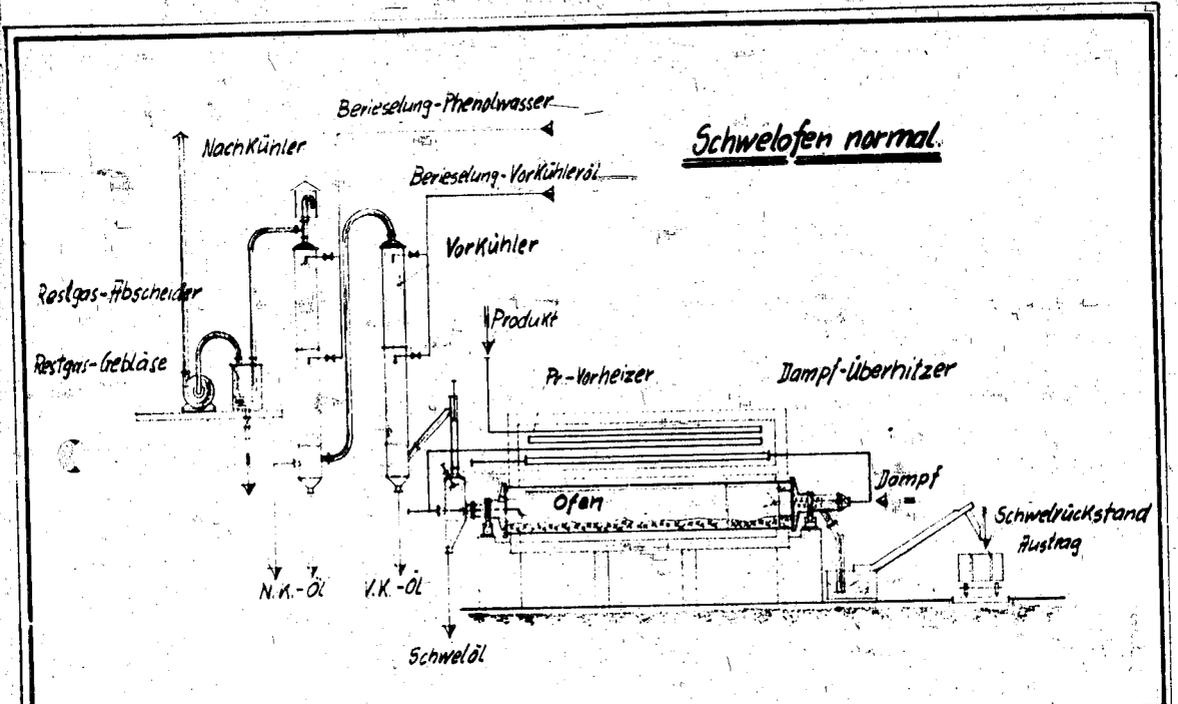
1 Zeichnung.

01096



01097

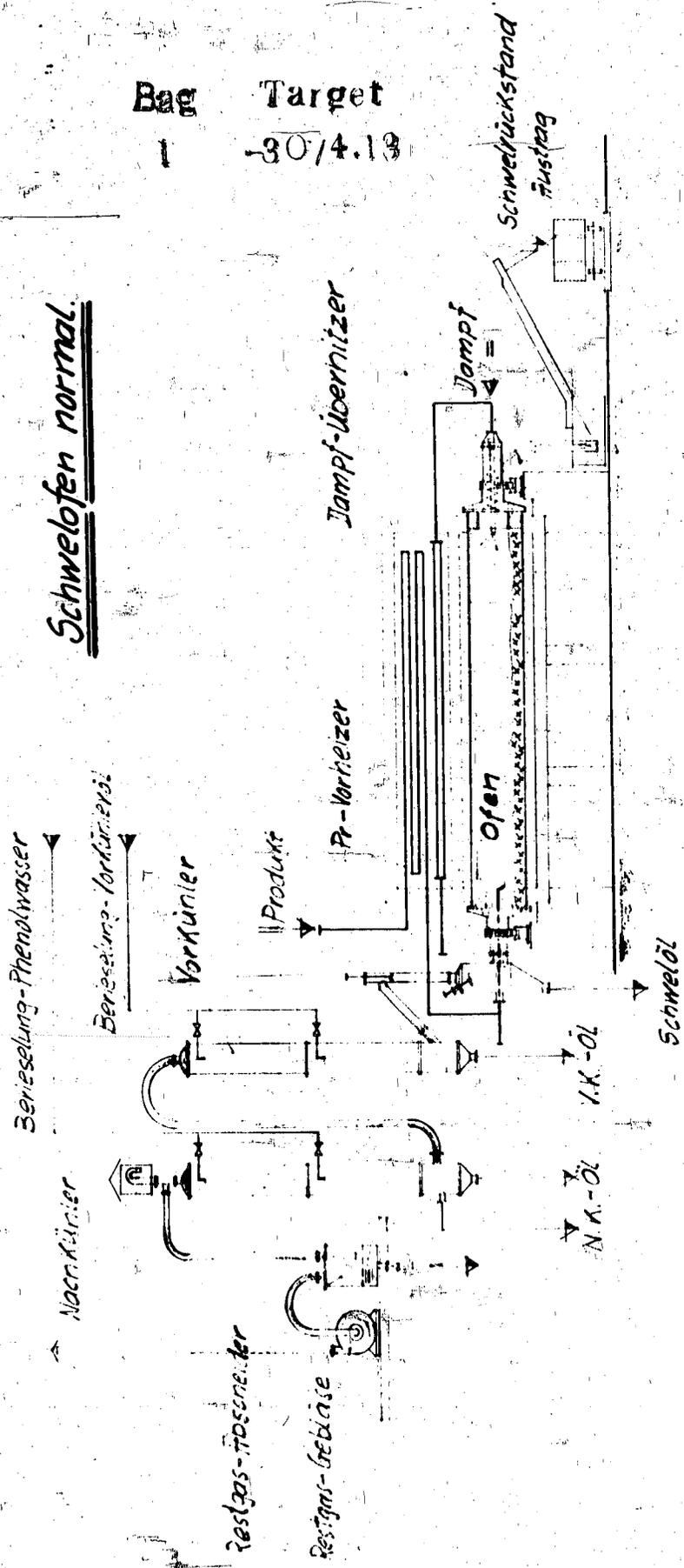
Bag Target
1 -30/4.13



0109E

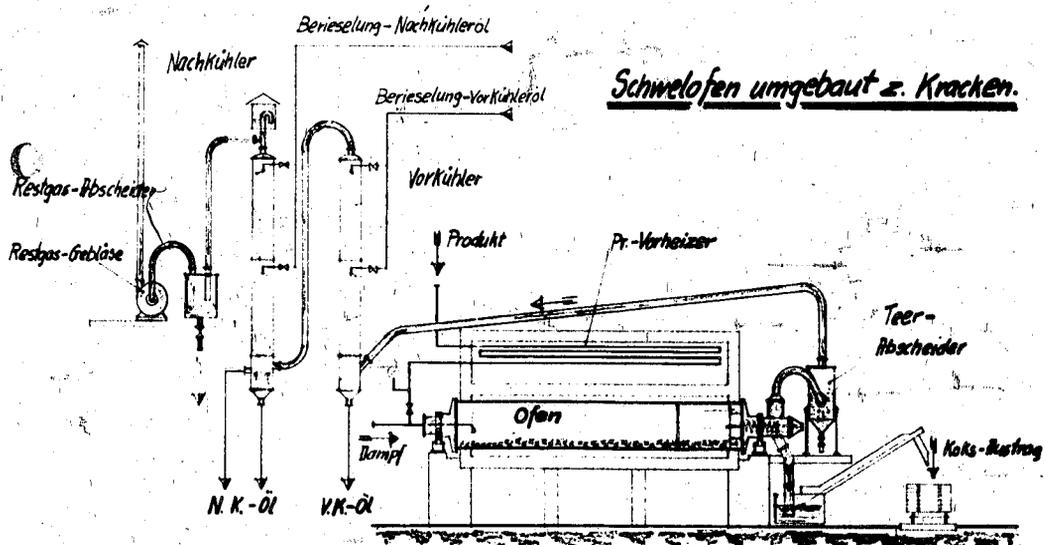
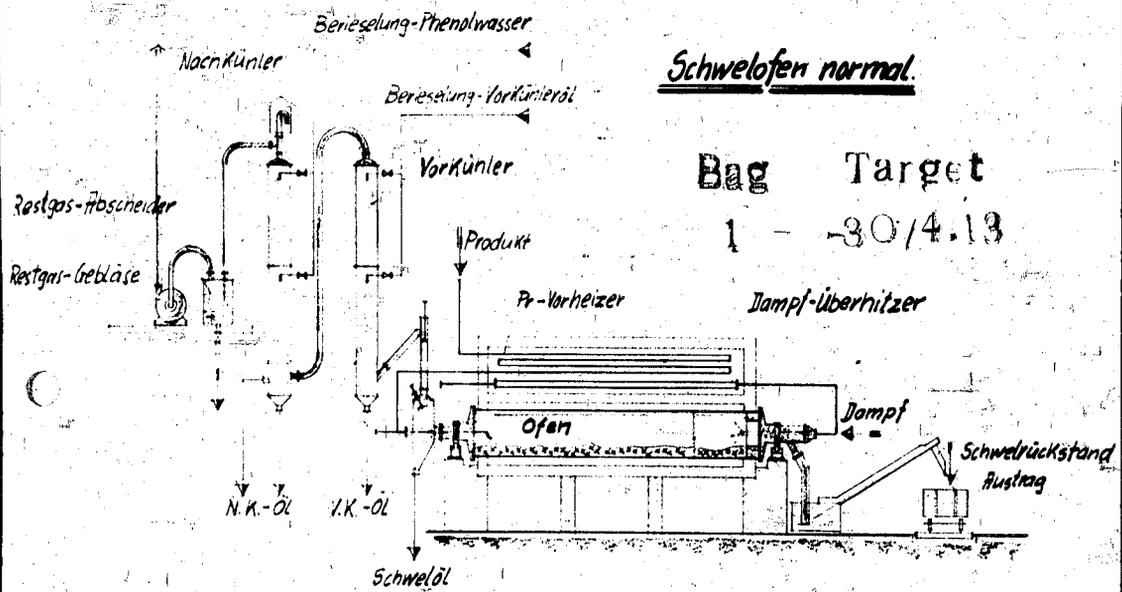
Schweelofen normal.

Bag Target
1 -30/4.19



Perisagehaus Nachkühler

58010



Betrieb Rückstand
Aktenvermerk

Bag Target
1 -30/4.13

Betr.: Krackversuche im Schmelofen. Bericht für die Zeit vom
2.11. - 5. 12. 1944.

Zusammenfassung:

Der Kugelofen lief vom 13. - 19. 11. und vom 27. 11. - 5. 12. also insgesamt weitere 16 Tage auf Krackung. Verarbeitet wurden stündlich 2 - 3 m³ Erdölrückstand bei Trommeltemperaturen von 550 - 570°C. Täglich wurde ein Kesselwagen Nachkühleröl abgegeben. Dieses enthält 40 % Benzin und hatte einen Siedepunkt von 350°C.

Das erzeugte Benzin ist einem Gasphase-Krackbenzin vergleichbar. Es enthält 55 Vol.% an Ungesättigten und Aromaten.

Auswertung:

- 1.) Der anfallende Koks kann, ohne die Einspritzung zu unterbrechen, durch Erhöhung der Drehzahl der Trommel ausgebracht werden.
- 2.) Der Siedepunkt des Nachkühleröles kann durch entsprechendes Fahren der Kondensation auf 350°C herabgesetzt werden, so dass dieses Produkt direkt an die Gasphase abgegeben werden kann.
- 3.) Bei einem einmaligen Durchsatz von 3 m³ Erdölrückstand/h bei 570°C wurden stündlich 0.73 m³ oder 0.62 stute Nachkühleröl erhalten.

A) Betriebsverlauf.

Nach Einbau eines neuen Vorheizers wurde Ofen IX am 13. 11. wieder auf Produktion genommen. Durch entsprechendes Fahren der Kondensation konnte das Nachkühleröl auf einen Siedepunkt von 350° oder höher eingestellt werden. Zunächst wurde die Einspritzung bei 2 m^3 gehalten und die Trommeltemperatur bei $550-570^{\circ}\text{C}$ gefahren. Das Vorkühleröl enthielt Koksstaub in Mengen von $0.1 - 1.0 \%$. (Versuch 5) Am 19. entzündete sich am Teerfänger beim Ablassen des Teeres Kohlenwasserstoffdämpfe. Die damit beschäftigten Polen verliessen die Apparatur ohne den Ablaufschieber zu schliessen. Der Meister löschte den Brand und verhinderte grössere Schäden. Als Gegenmaassnahme wurden bei der dadurch nötigen Reparatur folgende Verbesserungen vorgenommen: Dem Teerfänger wurde ein $1/2 \text{ m}^3$ -Behälter als Schleuse mit einer Überdachleitung nachgeschaltet. Dadurch wird ein Entzünden der Teerdämpfe in Zukunft vermieden. Ferner wurde, um die Geschwindigkeit der aus der Trommel abziehenden Dämpfe herabzusetzen und dadurch ein Absetzen des Koksstaubes zu begünstigen, oberhalb der Koksaustragsschurre ein Kasten eingebaut. Von diesem ziehen die Dämpfe zum Teerfänger und von dort zur Kondensation. Weiterhin wurde ein Nachkühlerölbehälter neu eingesetzt, von dem aus das Produkt über eine Leitung in einen Kesselwagen gefahren werden kann. Wegen Anfahrens der ersten Kohlekammer und Fertigstellung weiterer Schmelzöfen hierfür konnte die Reparatur erst innerhalb einer Woche abgeschlossen werden.

Nach obigen Änderungen kam der Ofen am 27. 11. wieder auf Produktion. Zunächst wurde bei Trommeltemperaturen von 550 und 570°C auf ein Nachkühleröl gefahren, das 65% Benzin und Mittelöl enthielt. Die Einspritzmenge betrug 2 m^3 stündlich. In dieser Zeit betrug die Neubildung an Benzin und Mittelöl $23.8 \text{ Gew.}\%$ (Versuch 6).

Bei einer Trommeltemperatur von 570° wurde am 1. 12. die Einspritzmenge auf 3 m^3 erhöht und das Nachkühleröl auf einen Siedepunkt von 350°C gefahren (Versuch 7). Stündlich fielen 0.62 stute oder 0.75 m an Benzin und Mittelöl an. Das Nachkühleröl enthielt 40% Benzin. Der Koks wurde in Intervallen von 12 Stunden durch Erhöhung der Drehzahl der Trommel auf $8 \frac{1}{2}$ Umdrehungen/Minute ausgebracht. Es fielen jeweils im Verlauf eines Tages $0.8 - 1.0 \text{ to}$ an ausgetragenem Koks an. Dieser war grössten Teils als Pulver vorliegend, das aber auch einzelne abgerundete Stücke enthielt.

Dem Erdölrückstand wurde am 4. 12. zu gleichen Teilen Vorkühleröl zugesetzt. Am 5. wurde die Einspritzmenge auf 4 m^3 erhöht. An diesen

Bag Target

- 3 -

80/4-13
Tage musste bei einem Fliegeralarm der Ofen abgestellt werden. Beim
Wiederanfahren zeigte sich, dass der Vorhänger an einer Flansch-Verbin-
dung undicht war. Ferner war die Trommel in der Nähe der Einspritzung
durchgeschliffen. Die Trommel hat bis jetzt 14000 Betriebsstunden, so
dass das Durchschleifen auf die lange Betriebszeit zurückgeführt wer-
den muss. Um schnell wieder einen Ofen auf Krackung laufen lassen zu
können wird Ofen X fahrbereit gemacht.

K

Pölitz, den 12. Dezember 1944.

(Dr. Steffen)
HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Anlagen.

01105

Versuch Nr. 5
Zeit vom 13. - 19. 11. 44

Target
Bag Target
1 -30/4.13

Es wurde mit einem Stundenumsatz von 2 m^3 bei Trommeltemperaturen von $550-570^\circ \text{C}$ gefahren. Verarbeitet wurde Erdölrückstand nach Zusatz von 0.5% Soda. Auf die Zerstäubung des Einspritzproduktes mittels Dampf wurde verzichtet, um die Verweilzeit im Ofen zu verlängern. Es zeigte sich, dass durch Einstellen der Kopftemperatur des Vorkühlers das Siedeverhalten des Nachkühleröles variiert werden konnte. Bei einer Kopftemperatur von 150°C hatte das Nachkühleröl einen Siedepunkt von 350° und enthielt $40 \text{ Vol.}\%$ an Benzin. Durch Erhöhung der Kopftemperatur des Vorkühlers auf 250° wurde der Siedepunkt des Nachkühleröles heraufgesetzt. Dieses enthielt 70% an Benzin und Mittelöl.

Der Koksaustrag wurde periodisch in der Weise vorgenommen, dass nach je 24 Fahrstunden die Einspritzung abgestellt und der Ofen für 1 Stunde trocken gefahren wurde. Anschliessend wurde für 1 Stunde die Drehzahl der Trommel auf $8 \frac{1}{2}$ Umdrehungen /Minute erhöht. Dadurch wurde Koks ausgetragen. Das Weglassen des Dampfes erhöht den Ölanteil des ausgebrachten Kokes. Da das Vor- und Nachkühleröl bei der Abgabe durch dieselbe Leitung gefahren werden musste, wurde auf eine Bilanzierung des Versuches verzichtet.

Versuch Nr. 6
Zeit vom 27. - 30. 11. 44

Durchsatz: 2 m^3 Erdölrückstand mit 0.5% Soda.

Trommeltemperatur: $550 - 570^\circ \text{C}$

Vorkühleröl-Kopf $\nearrow 200^\circ$

Vorkühlersumpf: $\searrow 175^\circ$

Nachkühleröl-Kopf $\searrow 140^\circ$

Nachkühlersumpf: $\searrow 30^\circ$

Eingebracht wurden 150 to oder 162 m^3 an Erdölrückstand.

Erhalten wurden 84 to oder 92 m^3 an Vorkühleröl mit 20% an unter 350°C siedenden Produkten,

ferner 50 to oder 67 m^3 an Nachkühleröl. Letzteres enthielt 20% Benzin und 65% an Benzin und Mittelöl. Die Bilanz war folgende:

Bag Target

Ausgebracht: Benzin -200°	10 to	= 6.7 %	80/4.13
Mittelöl 200 - 350°	54 "	= 36.0 %	
Produkte über 350°	70.5 "	= 47.0 %	
Koks, Gas + Verlust	15.5 "	= 10.3 %	

Die Neubildung an Benzin und Mittelöl betrug :

35.8 to = 23.8 % des Einsatzes.

Stündlich wurden somit 0.44 stufe an Benzin und Mittelöl erzeugt.

V e r s u c h N r. 7

Zeit vom 1. - 2. 12. 1944

Durchsatz: 3 m³ Erdölrückstand/h mit 0.5 Gew.-% Soda.

Ofentemperatur : 570°

Vorkühleröl-Kopf: ~~230°~~

Vorkühlersumpf : ~~180°~~

Nachkühlerkopf : ~~30°~~

Nachkühlersumpf : ~~25°~~

Das Rohprodukt wurde wieder mittels Dampf zerstückt. Nach jeweils 24 Fahrstunden wurde die Drehzahl der Trommel erhöht ohne die Einspritzung abzustellen. Der Koksaustrag dauerte jeweils 1 Stunde, insgesamt wurden 2 to Koks erhalten.

In beiden Tagen wurden eingebracht: 120 to oder 140 m³ Rohprodukt mit 20 % an unter 350° siedenden Produkten. Ausgebracht wurden: 76 to oder 84 m³ Vorkühleröl mit 20 % -350° siedend, und ferner 30 to oder 35 m³ Nachkühleröl mit einem Siedepunkt von 350°, das 40 % Benzin enthielt. Folgende Bilanz:

Ausgebracht: Benzin -200°	11 to	= 9.2 %
Mittelöl 200-250°	33.6 "	= 28.0 %
Produkte über 350°	61.4 "	= 51.1 %
Koks	2.0 "	= 1.7 %
Gas + Verlust	12.0 "	= 10.0 %

Die Abgabe an Nachkühleröl betrug 0.62 stufe = 435 to, das sind 23 % des eingesetzten Erdölrückstandes.



Bag Target
1 -30/4.13

Rohtprodukt: Erdölrickstand

Analysen der eingebrachten Kesselwagen.

Datum:	11.11.	13.11.	14.11.	18.11.	28.11.	30.11.	2.12.
Zahl der Wagen:	5	2	2	1	2	1	2
d ₅₀	.885	.89	.895	---	---	.880	.90
Siedebeg.	246	226	215	200	205		210
- 200°							
- 300°	8	11.5	13.0	3.0	12.5	9.5	6.0
- 350°	26.5	28.0	25.0	20.0	24.0	21.0	24.0

Mittelwerte der Tagesdurchschnitte der Einspritzung vom 13.11.-5.12.:

d₅₀ : 0.90
- 350° : 23.5 Vol.%

Vorkühleröl

Analysen der abgegebenen Kesselwagen.

Datum:	11.11.	14.-16.11.	1.-2.12.	3.12.	4.-5.12.
Zahl der Wagen	5	5	3	2	4
d ₅₀	.893	.878	.878	.854	.886
Siedebeginn	280	224	219	268	262
- 200°	0	0	0	-	
- 300°	5	8	5	4	4
- 350°	22	28	18	17	24.5

Mittelwerte der Tagesdurchschnitte vom 13. 11. - 5. 12.

d₅₀ : 0.89
- 350° : 22 Vol.%

0110E

Kochkühleröl
 Bag Target
Analysen der abgegebenen Kesselwagen. 1 -30/4.13

Datum:	30.11.	1.12.	3.12.	4.12.	5.12.
Wagen	Hbg	Stn	Halle	Mainz	Hbg
Nr.	225588	581464	561812	578613	256713
d ₂₀	.881	.850	.847	.828	.831
Siedebeginn °C	82	86	78	75	59
- 100°					
- 150°	9	20	16	16	
- 175°					
- 200	20	40	33	34	36
- 225					
- 250					
- 300	47	80	83.5	80	81
- 325					
- 350	63	88	94	94.5	91.5
Endpunkt °C					

Mittlere Analysen der Tagesdurchschnitte vom 13.11. - 5. 12.

d ₂₀	: 0.83
% - 200	: 28 Vol. %
- 350	: 78 *

Analysen des anfallenden Krackgases.

Datum :	9. 11.	4. 12.
Zeit :	8.30 ^h	13.20 ^h
Vol.-% CO ₂	0.0	7.0
CO	1.0	1.2
H ₂	36.7	23.7
N ₂	5.9	0.4
CH ₄	25.7	36.2
C ₂ H ₆	11.8	12.6
C ₂ H ₄	1.9	3.5
C ₃ H ₁₀	5.0	4.9
C ₃ H ₈	3.7	4.4
C ₄ H ₁₀	2.4	1.5
C ₄ H ₈	2.5	2.3
C ₅ u. höhere	3.4	2.3
C ₅ + höhere mg/m ³	126	87
Cn H _{2n} + 2	48.3	57.5
Cn H _{2n}	8.1	10.2

01107

Versuch 5

Bag

Target

1

4. 12. 44
30/4.13

Laborsberlegung vom Hochkühleröl
des Schwel-Krackversuches vom NR (28.11.44)

Sonderprobe.

	<u>Nassin -200°C</u>	<u>Mittelöl 200-350°C</u>
Anfall Gew. %	15 %	41 %
Spez. Gew./20	0.785	0.869
A.P. I	+27.1 °C	+ 54.9 °C
A.P. II	+65.9 "	--
Aromaten + Unges. Vol. %	61.0	--
Naphthene	7.0	--
Paraffine	32.0	--
Ungesättigte -allein	13.5	--
Alkalilösliches	1.8 g/100 ccm	2.5 %
Bromzahl (mod. Meth.)	16.6	14.5
Klopffwert (M.M.)	64.5	--
Stockpunkt	--	-16 °C
Siedekurve (760 mm)		
Siedebeginn	69 °C	199 °C
10 %	98	230
20 %	111	241
30 %	122	252
40 %	132	263
50 %	143	276
60 %	154	288
70 %	165	300
80 %	178	315
90 %	193	335
95 %	204	345
Endpunkt	213 °C/97 %	350 °/96 %
Rückstand	1.5 %	3.0 %
Verlust	1.5 %	1.0 %

0110E

Bag Target

Versuch 7

Schmel-Krackversuch: Nachkühleröl - Laborerlegant

30/4.13

RI - Probe vom : 2. 12. 1944.

	Nachkühler- öl	RI-165°C	RI 165-325°C	RI-200°C	RI 200-25
Ansichte (Vol.%)	100	29.6	59.9	43.7	47
Spez. Gew./20°C	0.870	0.744	0.869	0.786	0.870
A.P. I	+47.5	+34.2	+46.9	+35.0	+49.4
A.P. II	-	+64.5		+67.6	
Arom.+Ungea. Vol.%		53.5		55.5	
Naphthene "		8.0		9.5	
Paraffine "		38.5		35.0	
Ungesättigte -allein-		22.0		21.0	
Bromzahl (mod. Meth.)		15.0	11.6	24.0	9.0
Dampfdruck /37.8°C		0.360		0.280	
Klopffwert (M.M.)		64.8		62.3	
+ 0.115 Pb		76.2		73.4	
Alkalilösl. bzw. Phenole		0.8 g/100 ccm	2.5 Vol.%	1.3/g100 ccm	3.0%Vol.
Siedekurve -760 mm					
Siedebeginn °C	79	50	161	53	214
10 Vol.%	126	78	204	83	230
20 "	161	88	218	99	236
30 "	188	97	228	114	242
40 "	210	104	236	128	249
50 "	230	114	245	141	257
60 "	250	122	254	152	267
70 "	274	130	268	162	278
80 "	298	140	284	172	292
90 "	330	154	303	185	311
95 "	-	164	320	196	327
- 70°C	-	5 % Vol.	-	3.5 % Vol.	-
-100 "	4.0 % Vol.	34 "	-	21.0 "	-
-165 "	21.5 "	95.5 "	-	73.0 "	-
-200 "	35.5 "	-	-	96.5 "	-
-325 "	89.0 "	-	96.0	-	94. %
Endpunkt	350°C/93 %	171°C/97 %	350°C/97 %	209°C/97%	335/97%
Rückstand	6 %	1 %	2.0 %	1.5 %	2.0 %
Verlust	1 %	2 %	1.0 %	1.5 %	1.0 %
Schwefel, Gew.%		0.12	0.19	0.08	0.20
Stickstoff		0.07	0.04	0.06	0.02

0110e

Pö. dem 12.1. 45

litz, den 12. Januar 1944 Mo.
/Stf.

1. Herrn Dr. Schmitt

2) Umlauf:

Eh. _____

Ki. _____

Kö. _____

Gro. _____

Bag Target

1 -30/4 13

4-3.1.1945.

3) z. Verbl. Dr. Schm.

Schmelofen X lief 338 Stunden auf Krackung. Zwei Mal traten Koksverstopfungen in der Ölgasleitung vor dem Teerfänger auf, die durch Einbau eines Kokswechslers an dieser Stelle behoben werden sollen.

Stündlich wurden 0.8 m^3 Erdölrückstand und 2.2 m^3 zurückgeführtes Vorkühleröl (Verhältnis 1 : 2.9) eingespritzt. An Nachkühleröl wurden $0.6 \text{ m}^3/\text{h}$ oder $0.5 \text{ stute} = 350 \text{ mote}$ erzeugt. Um eine höhere Produktion zu erreichen, soll die Trommeltemperatur des Ofens auf 580° gesteigert werden. Ferner sollen die Brennerdüsen von 13 auf 16 mm aufgebohrt werden.

Auswertung:

1.) Die Verwendung runder Mahlkörper in Ofen X hat sich bei der Krackung nicht bewährt. Der Ofen enthielt nicht wie bisher Koks in Staubform, sondern in runden grossen Stücken. Es werden wieder die alten Mahlkörper eingesetzt.

2.) Aus 100 kg Erdölrückstand mit 24 % an unter 350° siedenden Produkten wurden erzeugt:

21.9 kg Benzin

50.8 " Mittelöl

18.3 " Krackgas

9.0 " Teer, Koks und Verlust.

3.) Über die Eigenschaft des Benzins wurde früher berichtet. Das Mittelöl wurde genauer untersucht und dürfte die Anforderung eines Dieseltreibstoffes erfüllen. Ferner kann es in der Vorhydrierung eingesetzt werden. Der Stockpunkt liegt bei unter -10°C und die Cetanzahl bei 38.

4.) Das Krackgas entspricht einem "vapor phase"-Krackgas. Es enthält 13 % Äthylen, 11 % Propylen und 5 % Butylen. Der Heizwert liegt bei 11 000 cal.

Ø: W, Sch. Hz.

Uml. Eh. Kö. Ki. Gro.

Bag Target

Aktenvermerk

1 -30/4.13

Betrieb Rückstand

Betr.: Krackversuche im Schwelofen.
Bericht für die Zeit vom 11.12.44-3.1.1945.

Zusammenfassung:

Schelofen X lief 338 Stunden auf Krackung. Zwei Mal traten Koksverstopfungen in der Ölgasleitung vor dem Teerfänger auf, die durch Einbau eines Kokswischers an dieser Stelle behoben werden sollen.

Stündlich wurden 0.8 m^3 Erdölrückstand und 2.2 m^3 zurückgeführtes Vorkühleröl (Verhältnis 1 : 2.9) eingespritzt. An Nachkühleröl wurden $0.6 \text{ m}^3/\text{h}$ oder $0.5 \text{ stuto} = 350 \text{ mote}$ erzeugt. Um eine höhere Produktion zu erreichen, soll die Trommeltemperatur des Ofens auf 580° gesteigert werden. Ferner sollen die Brennerdüsen von 13 auf 16 mm aufgebohrt werden.

Auswertung:

- 1.) Die Verwendung runder Mahlkörper in Ofen X hat sich bei der Krackung nicht bewährt. Der Ofen enthielt nicht wie bisher Koks in Staubform, sondern in runden grossen Stücken. Es werden wieder die alten Mahlkörper eingesetzt.
- 2.) Aus 100 kg Erdölrückstand mit 24 % an unter 350° siedenden Produkten wurden erzeugt:

21.9 kg Benzin
50.8 " Mittelöl
18.3 " Krackgas
9.0 " Teer, Koks und Verlust.

- 3.) Über die Eigenschaft des Benzins wurde früher berichtet. Das Mittelöl wurde genauer untersucht und dürfte die Anforderung eines Dieseltreibstoffes erfüllen. Ferner kann es in der Vorhydrierung eingesetzt werden. Der Stockpunkt liegt bei unter -10°C und die Cetanzahl bei 38.
- 4.) Das Krackgas entspricht einem "vapor phase"-Krackgas. Es enthält 13 % Äthylen, 11 % Propylen und 5 % Butylen. Der Heizwert liegt bei 11 000 cal.

A) Betriebsverlauf.

Schmelofen I war in gleicher Weise für die Krackung umgebaut worden wie Ofen IX. Erstmals wurde er am 11. 12. eingespritzt. Der einzige Unterschied bestand darin, dass Ofen I mit runden Mahlkörpern statt wie die anderen Öfen mit kantigen gefüllt war.

Erdölrückstand wurde unter Rückführung des Vorkühleröles gekrackt. Das Rohprodukt wurde vom Kesselwagen in den 100 m³ Behälter IV gepumpt und von dort nach Bedarf in den 100 m³ Mischbehälter III geleitet, ohne dass Soda wie früher zugesetzt wurde. Das Gemisch gelangte über den Kreislauf zum Vorheizler und wurde dort bei 4 atm auf 250-300° aufgeheizt. Dann wurde das Produkt unter Dampfzusatz in die Trommel eingespritzt. Die Einspritzmenge betrug 3 m³/h, die Trommel-Elemente lagen gleichmässig bei 570°. Ein Versuch, den Durchsatz auf 4 m³ zu erhöhen, bewirkte ein Absinken der Temperaturen am Eingang der Trommel (El.10), so dass der maximale Durchsatz vorerst bei 3.5 m³/h liegen wird. Nach 100 Stunden wurde auf den Dampfzusatz verzichtet.

Nach 100 Fahrstunden wurde die Drehzahl der Trommel erhöht, ohne dass Koks ausgebracht werden konnte. Nach weiteren 50 Betriebsstunden blieb der gleiche Versuch ergebnislos. Um den Koksaustrag zu erzwingen, wurde anschliessend für 2 Stunden trocken gefahren und dann nach Dampfzusatz die Drehzahl der Trommel erhöht. Es kamen nur Kokstücke heraus. Nach dem Wiedereinfahren zeigte der Ofen bald Verstopfung vor der Kondensation und musste kalt gefahren werden. Der Ausbau ergab, dass die Leitung vor dem Teerfänger mit Koks zusass. Dieser wurde entfernt. Nach 41 Stunden wurde wieder eingespritzt. Kurz vor dem Fliegerangriff am 21.12. musste dann nach weiteren 35 Fahrstunden der Ofen abgestellt werden.

Nach einem Stillstand von einer Woche kam Ofen I am 28. 12. wieder auf Produktion. Kurz darauf kam der Befehl zum Insichfahren. Dieses wiederholte sich am 1. und 2. Januar. Am 3. Januar wurde für 12 Stunden hohe Drehzahl an der Trommel gefahren, wobei ebenfalls nur Rundkoks ausgetragen wurde. Um 18^h musste der Ofen wegen Verstopfung vor der Kondensation abgestellt werden. Die Verstopfung lag wie zuvor im Ölgasweg vor und nach dem Teerfänger.

Es ergibt sich, dass häufiges Insichfahren oder auf Kreislaufstellen bei dem Ofen zu Verstopfungen im Ölgasweg führt. Die Erklärung dafür ist folgende :

Der Koksstaub in der Trommel wird beim Kreislauffahren trocken. Sobald eingespritzt wird, treibt der Öldampf den Koksstaub in die Kondensation. Eine ähnliche Erscheinung wird beim Fahren der Kugelöfen mit Schleuderrückstand beobachtet. Dabei wird der Staub in die Vorkühlerkolonne geblasen und muss am Fuss dieser abgezogen werden. Es soll versucht werden, durch einen einzubauenden Koks-wischer die Leitung vor dem Teerfänger freizuhalten.

Erstmalig zeigte die Besichtigung des Ofens, dass grosse runde Koksstücke in der Trommel verlagen. Hierfür werden die runden Mahlkörper verantwortlich sein, die das Zerreiben zu Staub und das Glattschaben der Wandungen nicht gewährleisten. Die runden Mahlkörper werden daher durch die ursprünglichen ersetzt. Ferner kann diese Erscheinung auch auf das Weglassen der Soda zurückgeführt werden, so dass in Zukunft wieder Sodazusatz gefahren werden soll.

Insgesamt lief Ofen X 338 Stunden auf Produktion mit einem Durchsatz von 3 m³/h. Der Ausbau zeigte ferner, dass die Schnecke am Eingang verkockt war. Die Scheidewand in der Trommel war frei.

B) Durchsatz und Erzeugung:

Fahrzeit : 338 Stunden

Produktmenge:

Einspritzung (80°C)	1050 m ³	
Vorkühleröl	780 "	
Nachkühleröl (20°C)	194 "	= 163 to
Rohprodukt (80°C)	270 "	= 230 "
Krackgas	120 "/h.	

Spez.Gewichte:

Rohprodukt d ₅₀	.89
Nachkühleröl d ₂₀	.84
Krackgas 1 m ³	1.14 kg

Somit wurde auf 1 m³ Rohprodukt 2.9 m³ Vorkühleröl zurückgeführt.

Einsatz:

Erdölrückstand 230 to = 100 %

Ausgebracht:

Nachkühleröl	163 to = 70.9 %
Gasbenzin im Krackgas	4 to = 1.8 %
Krackgas ohne Gasbenzin	42 to = 18.3 %
Teer	5 to = 2.2 %
Koks, geschätzt	12 to = 5.2 %
Verlust	4 to = 1.6 %



Bag Target

1 30/4.13

Ausbeuten aus 100 kg Erdölrückstand :

Benzin -200°C	20.1	kg	} 21.9
Gasbenzin	1.8	"	
Nachkühleröl über 200°C	50.8	"	
Teer	2.2	"	
Krackgas	18.3	"	
Koks	5.2	"	
Verlust	1.6	"	

Die Ausbeute an Autobenzin betrug rund 22 % und die an Dieseltreibstoff rund 50 % des eingesetzten Erdölrückstandes. Der stündliche Durchsatz lag bei 3 m³ Einspritzung oder 0.8 m³ Frischprodukt. Die Nachkühleröl-Erzeugung betrug 0.6 m³ oder 0.5 stuto. Dies entspricht bei 700 Monatsstunden einer Erzeugung von 350 moto oder 70 % des angestrebten Wertes. Um 500 moto an Nachkühleröl je Kugelofen zu erzeugen, muss der Durchsatz auf 4 - 4.5 m³/h erhöht werden. Zu dem Zweck sind die Brennerdüsen, die zur Beheizung der Trommel dienen, zu vergrößern. Ferner wird die Endtemperatur des im Vorheizer aufgeheizten Oles auf 350 - 380°C gebracht werden. Die Trommeltemperatur soll auf 580°C versuchsweise heraufgesetzt werden.

Pölit, den 12. Januar 1945.

Rückstandsarbeitung
Betriebsleitung

01114

Bag Target
1 -30/4.13

Tabelle I
Erdölrückstand - Analysen.

Datum:	Kessel- wagen Nr.	Siedekurve Vol. %				d ₅₀
		Beg. °C	- 300°C	-350°C		
11.12.	526071	205	10	25		
18.12.	524346	230	8	21	.894	
	324071	200	11	30	.892	
21.11.	508593	210	10	20	.893	
	Mittelwerte	210	10	24	.893	

Tabelle II
Nachkühleröl - Analysen

Datum	Kessel- wagen Nr.	Gewicht to	Siedekurve Vol. %					d 20
			Beg. °C	-165°C	-200°C	-300°C	-350°C	
14.12.	581471	21.39	70	15	26	67	84	.842
16.12.	581484	20.25	60	15	24	59	83	.830
18.12.	914461	15.28	55	28	39	71	88	.819
21.12.	525888	18.35	70	22	31	71	94	.825
30.12.	581484	21.60	84	18	30	61	83	.837
1. 1.	525888	18.35	54	22	31	60	77	.833
	581471	9.80	58	23	34	62	79	.838
2. 1.	564663	12.60	54	22	31	60	77	.833
	526071	13.50	50	21	33	67	83	.831
4. 1.	914461	11.88	58	17	25	58	79	.850
Summe :		163.0						
Mittel- werte			61	20	30	64	83	

01115

Tabelle III

Bag Target

Krackgas - Analysen.

Datum:	14.12.	16.12.	18.12.	31.12.
CO Vol.%	0.5	0.7	0.8	0.4
H ₂	13.7	16.0	10.2	9.9
N ₂	1.6	1.2	1.2	1.3
CH ₄	28.5	31.7	30.1	26.3
C ₂ H ₆	15.0	13.9	15.2	18.2
C ₂ H ₄	12.7	12.9	13.6	16.0
C ₃ H ₈	5.7	5.4	6.9	9.1
C ₃ H ₆	11.3	10.2	11.8	9.8
C ₄ H ₁₀	1.4	0.9	1.5	3.1
C ₄ H ₈	5.9	5.3	5.7	4.0
C ₅ Kwe +höhere	3.7	1.8	3.0	1.9
C ₅ g/m ³	137	67	113	70
Dichte	1.17	1.06	1.19	1.19

Tabelle IV

Untersuchung von Mittelölen aus Nachkühler-Krackölen.

Probe Nr.	38	39	56
Datum :	21.11.44	21.11.44	29.11.44
Siedegrenzen °C	190-350	190-325	180-320
Aussehen	klar	klar	trüb
Farbe	rotbraun	rotbraun	rotbraun
Dichte bei 20°	0.869	0.856	0.871
Viskosität bei 20°, °E	1.27	1.27	1.2
Kristallisationsbeginn °C	-11	-18	-9
Stockpunkt °C	u.-10	u.-10	u.-10
Flammpunkt °C	77	71	-
Destillat bis 360°	97 %	97	95
Kennziffer	258	243	--
Diesel-Index	38.0	41.0	37.6
Cetanzahl ber.	38.3	43.4	--
Korrosion Zn mg	1	1	1
Gesamtschwefel Gew. %	0.05	0.06	0.16
A.P. °C	Ø +51.0	Ø +51.0	Ø +51.0
Heizwert Cal/kg	9900	9900	9938

01116

Pölitz, den 23. Februar 1945 Mo.
DHD/Stf.

Aktenvermerk

Bag Target
1 -30/4.13

Betr.: Kracken von Braunkohlen-Schwelteer.

Besprechung in Böhlen vom 6.-7. 2. 1945.

Anwesend: Direktor von Felbert,

Dr. Mott,

Dr. Lohmar,

Dr. Schneider,

Dr. Steffen-Pö.

In Böhlen ist eine DHD-Doppelkammer im Bau und fast fertiggestellt. Bei der augenblicklichen Benzinlage suchte Böhlen einen anderweitigen Einsatz für diese Kammer und hat in Kleinversuchen Braunkohlen-Schwelteer über DHD-Kontakt gekrackt.

Die Kleinapparatur besteht aus einem Ofen mit 1.6 Ltr. zerkleinertem 7360 Konrakt (urfel), einem elektrischen Vorheizer, Einspritzpumpen und Kühler. Die Versuche wurden Beginn November aufgenommen. In 2 Versuchen über 300 bzw. 200 Stunden, die durch mehrfaches Insichfahren unterbrochen wurden, wurden bei 25 mV stündlich 1.6 Ltr. Braunkohlen-teer eingespritzt. Durch Zusatz von etwa 500 Ltr. Wasserstoff/h wurde der Druck bei 50 - 80 atm gehalten. Das anfallende Gas enthielt 88 % Wasserstoff.

Der anfallende Abstreifer wurde auf seinen Prozentgehalt an Produkten unter 330° C siedend untersucht. Im Anfang beträgt er etwa 50 Vol.%. Sinkt dieser Anteil auf 40 %, so wird der Versuch abgeschlossen und der Kontakt durch Abbrennen mit Luft bei atmosphärischem Druck regeneriert.

Das Ziel dieser Druck-Krackung über DHD-Kontakt ist die Erzeugung von J₂-Kraftstoff. Der Stockpunkt dieses soll unter -30° liegen. Die analytischen Daten und Ausbeuten folgen in der Anlage.

Um die Versuche ins Grosse zu übertragen, wird eine der DHD-Kammern umgebaut. Es werden hierin 2 Vorheizer-Gassen mit einem Regenerator und mit zwei Ofen aufgestellt. Geplant ist anschliessend die 6fach-Kammer zu fahren und diese 3fach unterteilt parallel zu erstellen. Dabei besteht jeder Teil aus einem Regenerator, zwei Ofen und zwei Vorheizergassen.

Besonderer Wert wird von Böhlen darauf gelegt, dass das Einsatzprodukt frei von A-Mittelöl ist, also frei von Produkten, die unter 325°C siedend. Sind diese vorhanden, so soll Wasserstoff verbraucht werden. Ferner wurde beobachtet, dass eine Erhöhung der Reaktions-Temperatur auf etwa 28 mV stärkere Asphaltbildung verursacht (7.9 % Asphalt im Abstreifer), während die Produkte bis 325°C siedend keine Erhöhung erfahren und der Stockpunkt sogar etwas ansteigt.

Verarbeitet wurde ein Frischteer von ASW, der mit einem Rückstand aus Teerabstreifer der Sumpfphase in gleichen Anteilen gemischt worden war. Dieses Gemisch hatte folgende Daten :

Einspritzprodukt

d ₅₀	0.959
Siedebeginn °C	233
- 325°	2 Vol. %
- 350°	23.0 "
Asphalt	1.68 %
Phenole	1.68 %
Asche	27 mg/100 gr.
Staub	0.02 %
Wasser	0.02 %

Elementar-Analyse :

Kohlenstoff	87.3 %
Wasserstoff	9.89 %
Sauerstoff	1.76 %
Stickstoff	0.21 "
Schwefel	0.34 "

Dieses Produkt bei 70 - 80 atm katalytisch gekrackt, ergab 95 Gew. % an Abstreifer mit folgenden Eigenschaften:

Abstreifer

d ₃₀	0.924
Phenole	0.76 %
Asphalt	0.42 %
Festes	0.08 "
Wasser	0.75 "
Asche	0.14 "
Stockpunkt	-23°C
A.P. I	37.3°C
Farbe:	olivgrün bis braun

-100°	1 %
-150°	6 %
-200°	13 %
-250°	24 %
-300°	38.5 %
-310°	42 %
-320°	47 %
-325°	49 %
-350°	64 %

Rückstand 35 %, Verlust 1 %
Vol. % - 325°C 53.2 (Kolonnen-Destillation)

Das aus diesem Abstreifer gewonnene Benzin sowie ferner das Gemisch aus Benzin plus Mittelölgemisch hatten folgende Eigenschaften. Letzteres erfüllte die Bedingungen des J₂-Kraftstoffes.

Benzin

d ₂₀	0.739
Siedebeginn	48°C
- 75°	7 Vol. %
-100	32 "
-125	62 "
-150	79 "
-180	91 "
-200	96.5 "
-225	98 "

J₂-Kraftstoff erzeugt:

d ₂₀	0.838
Jodzahl	8.14
Phenole	1.32
Stockpunkt	-31°C
Aromaten	26.4 Vol. %
Olefine	10.0 "
Naphthene	0.0 "
Paraffine	63.6 "
A.P. I	39.4°C
A.P. II	72.0 "

Siedeverlauf:

Beginn	55 °C
- 75°C	3 Vol. %
-100 "	6 "
-125 "	11 "
-150 "	17.5 "
-175 "	25 "
-200 "	32.0 "
-225 "	43.0 "
-250 "	55.5 "
-275 "	71.0 "
-300 "	86.5 "
-310 "	92.5 "
-320 "	94.5 "
Endpunkt	329° /98 %.

Zusammensetzung:

Kohlenstoff	86.45 %
Wasserstoff	11.98 "
Schwefel	0.14 "
Stickstoff	0.09 "
Sauerstoff	1.31 "
Chlor	0.03 "

Die an den J₂-Kraftstoff gestellten Bedingungen sind hauptsächlich folgende :

Phenol - und Schwefelgehalt unter 1 %
Stockpunkt tiefer als -30
Filtrierbarkeit bei -25°C unter 125 sec.

Anfänglich traten bei den Kleinversuchen häufiger Störungen durch Verkoken im Vorheizzer, besonders beim Einschfahen und plötzlichen Abstellen auf. Diese wurden dadurch behoben, dass in solchen Fällen die Apparatur sofort durch Hineindrücken von Mittelöl gespült wurde. Es wurde von mir darauf hingewiesen, den Stockpunkt durch Zusatz von Inhibitoren wie Parafflor zu senken.

(Dr. Steffen)
HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 23. Februar 1945.

01120

Teerqualitäten

	ASW Böhlen	ASW Hirschfelde	Kulkwitz	Schwarzheide	TFH-Rückstand
C Gew.%	82.7 - 83.4	81.3 - 81.8	81.4 - 81.7	77.7-78.1	85.0-85.2
H ₂ "	10.4 - 10.6	9.3 - 9.6	10.0 - 10.4	9.2- 9.5	14.5 - 14.7
S "	1.3 - 1.5	0.3 - 0.5	1.3 - 1.8	0.36-0.58	0.16 - 0.37
N ₂ "	0.25- 0.28	0.23 - 0.27	0.21 - 0.22	0.3 - 0.5	
O ₂ "	4.2 - 5.16	7.9 - 8.5	6.0 - 6.7	11.6-12.1	
Paraffine	12.6 - 18.0	3.3 - 4.8	9.5 - 16.6	13.9-17.8	29.5-34.7
Phenol	5.8 - 6.5	16.2 - 19.2	7.0 - 10.8	15.2-20.6	
Asphalt	2.79- 3.39	7.0 - 7.3	6.6 - 8.1	13.4-17.4	
spez. Gew. bei 60°/kg/l	0.926-0.930	0.973-0.976	0.962-0.970	0.997-1.006	0.785-0.787
Staub Gew.%	0.27-0.45	0.10-0.15	0.5 - 0.7	2.5 - 4.2	
Wasser	0.13-0.30	0.35-0.75	0.6 - 1.6	4.4 - 5.4	0.08 - 0.14
b. 310° Vol.%	32-33.5	42.0-46.5	27.0-31.0	33.0-35.5	
315 "	34-35.5	43.5-48.0	29.0-32.5	35.5-38.0	
320 "	36-37.5	45.5-50.0	31.0-34.5	38.0-41.0	0.75 - 2.5

01121

BAG No. 1

30/4.13

V. GASIFICATION

1. CONVERSION

01122

Ammoniaklaboratorium Oppau

Herrn Dr. Hüttner z. Geh.

Laboratoriums-Mitteilung

vom 7. April 1930

Nr.

483

Dr. Schiller:

Dr. Hüttner :

Ueber die Umsetzung höher molekularer Kohlenwasserstoffe

mit Wasserdampf.

21123

Don 7. April 1930 Pg.

Ausser Methan hatten wir auch bereits früher Methan mit Wasserdampf umgesetzt und dabei festgestellt, dass sich dieser Kohlenwasserstoff im ganzen wie Methan behandeln lässt.

Ueber die Umsetzung höher molekularer Kohlenwasserstoffe mit Wasserdampf.

B. Neue Versuche.

Die systematischen Untersuchungen über das Verhalten anderer Kohlenwasserstoffe gegenüber Wasser und noch nicht

A. Weitere Versuche.

lich unvollständig. Im folgenden sollen die bis jetzt vorgenommenen

Bei unseren älteren Arbeiten über die Umsetzung von Methan Versuche kurz geschilfert werden. Es muss aber betont werden, dass manche Ergebnisse nur als vorläufig zu betrachten sind zur Beschäftigung mit dem Verhalten höher molekularer Kohlenwasserstoffe. Erst als wir versuchten, Leuchtgas bzw. Kokergas

der Grund hierfür liegt zum Teil darin, dass mehrere Tage lang gas (ca. 50 % H_2 , 30 % CH_4 , 2 % C_2H_6 u. a. ungesättigte Kohlenwasserstoffe, 7 % CO , 11 % H_2O) nach dem Röhrenverfahren leicht durch Silber oder nicht. Ferner können die Ergebnisse durch Umsetzung, stellten wir fest, dass sich nach einiger Zeit aus kleinen Unregelmäßigkeiten wie Bodenunregelmäßigkeiten und dergleichen in dem Kontakt (Grünkontakt 410) bildete. Es war nach dem Versuche gestrichelt worden. Außerdem zeigen die oben geschilferten Versuchsergebnisse wahrscheinlich, dass die ungesättigten Kohlenwasserstoffe in Leuchtgas Anlass zur Ausbildung geben. Wir suchen deshalb zunächst nach Kontakten, welche ohne Ausbildung die

Umsetzung von C_2H_6 mit Wasserdampf ermöglichen sollten. Schliesslich konnte aber die Ausbildung ohne Anwendung besonderer Umsetzungskontakte vermieden werden; es genügt, das Leuchtgas vor dem Eintritt in den Röhrenofen (bei 350°-400°) über einen

Mo-Kontakt zu leiten, welcher gleichzeitig die organischen S-Verbindungen zum grössten Teil in H_2S überführt bzw. bindet (halbtechnische Versuche). Da dieser Kontakt aus dem Leuchtgas

in wesentlichen nur das C_2H_6 (0,1 %) entfernt, war damit gleichzeitig der für die Ausbildung in diesem Fall verantwortliche Stoff gefunden.

21124

Ausser Methan hatten wir auch bereits früher Acetan
mit Wasserdampf umgesetzt und dabei festgestellt, dass sich die
Die Versuche wurden in wahlrecht abtandem elctrich
ser Kohlenwasserstoff im ganzen wie Methan behandeln lässt.
Behälter Quarzröhren (2,3 cm i. D. und ca. 80 cm Länge) vorzu-
nehmen, welche von der Mitte bis zur oberen Kante mit Kontakt ge-
füllt wurden (siehe **3. Allgemeine Versuche**, die 25-30 cm bis an die von

Kontakt). Die Temperaturzunahme erfolgte nahe beim unteren Ende
Die systematischen Untersuchungen über das Verhalten
der Kontaktlicht, Gas- und Dampfleistung waren über den Brand
anderer Kohlenwasserstoffe sind jüngeren Datums und noch ziem-
lich unvollständig. In folgenden sollen die bis jetzt vorgenom-
menen Versuche kurz geschildert werden. Es muss aber betont wer-
den, dass manche Ergebnisse nur als vorläufig zu betrachten sind
möglichst dieselben Verhältnisse wie in früheren Versuchen zu
erhalten. Wie es sich gezeigt hatte, verhalten sich die Kontakte
Der Grund hierfür liegt zum Teil darin, dass mehrere Tage dau-
ernde Versuche nötig sind, um sicher festzustellen, ob ein Kon-
takt Russ bildet oder nicht. Ferner können die Ergebnisse durch
kleine Unregelmässigkeiten wie Bedienungsfehler und dergleichen
sehr gestört werden. Ausserdem zeigen die oben geschilderten
Versuche mit Leuchtgas, wie ganz kleine Mengen von Verunreinigun-
gen in den Gasen (eventuell schwer nachweisbare Diolefine und
dergleichen) die Ergebnisse stark beeinflussen können.

Als Kontakt wurde zunächst Grünkontakt 410 verwendet;
wo dieser Kontakt nicht genügte, wurden zahlreiche andere Kon-
takte geprüft. Es bestätigte sich, dass ein Metall der Eisengrup-
pe (Ni Co, Fe) zum Umsatz erforderlich ist.

Als Zusätze, welche die Neigung zur Russabscheidung
vermindern, erwiesen sich besonders V_2O_5 , MnO_2 , UO_2 . Weniger ge-
eignet waren Metalle wie Cu Pb Bi, welche zu wenig aktive Kon-
takte ergaben.

21125

1) Wasser (hergestellt durch Hydrieren von techn. Propylen).
Versuchsordnung.
 Versuchsanordnung: 1/2 Zylinder.

Die Versuche wurden in senkrecht stehenden elektrophisch beheizten Quarzrohren (2,5 cm i. V. und 60-80 cm Länge) vorgenommen, welche von der Mitte bis zum oberen Ende mit Kontakt gefüllt wurden. (Schichtlänge des Kontakts 25-30 cm bis 60-120 cm Kontakt). Die Temperaturmessung erfolgte nahe beim unteren Ende der Kontaktschicht, Gas- und Dampfingang waren offen. Der Dampf wurde in einem elektrisch geheizten Verdampfer erzeugt. (Figur 1)

Es war durch diese Anordnung beabsichtigt, die Verwässerung des Gas-Dampf-Gemisches in Kontakt erfolgen zu lassen, um möglichst dieselben Verhältnisse wie im grösseren Massstab zu erhalten. Wie es sich gezeigt hatte, verhalten sich die Kontakte nämlich anders, wenn man den oberen Teil des Rohres leer lässt, so dass das Gas dort vorgewärmt mit höherer Temperatur auf den Kontakt trifft. Ob Verwässerung in indifferentem Material (wo chemisch zur Bildung von H_2 fähigen. Im Vergleich zu dem Stoffe keine Reaktion erfolgen kann) oder in Kontakt (wo die Reaktion von Kohlenwasserstoffen leicht beginnt) allgemein zweckmässiger ist, wird noch geprüft. Bei Olefinen erwies sich (s. S. 8) das Verwärmen in Kontakt als ungünstiger.

2) Wasser: Mit diesen Kontakten wurden u. a. folgende Versuche vorgenommen:

Kontakt	Gas	Wasser	Versuchs- dauer	Temperatur	Wasser- gehalt des Kohlens
	Art/Stk.	cm ³ /Stk.	Stunden	°C	% C_2H_6
H_2 , V_2O_5	1	60	12	600°	3 2/3
Kupfer	1	60	7	600°	4 2/3

3) Wasser: In dem angegebenen Fall wurden ebenfalls Versuche mit Wasser und H_2 in Kontakt mit Kohlenwasserstoffen in Wasser.



1) Propan (hergestellt durch Hydrieren von techn. Propylen).

Die Verunreinigung: ca. 1 % Selen.

Kontakt	C_3H_8 Ltr./Std.	Wasser ccm/Std.	Versuchs- dauer Stunden	Temp. 1)	Russbildung
Grünkontakt 410 - Ni_2O_3 , MgO Kaolin	5	70	68	600°	Spur (nach weiterem von 50 Std. etwas mehr)
Ni_2O_3, V_2O_5 Kaolin	"	"	75	700°	-
Ni_2O_3, Co_2O_3 "	"	"	72	600°	-
Ni_2O_3, MnO_2 "	"	"	40	700°	Spur
Ni_2O_3, UO_2 "	"	"	37	600°	-
C_2O_2 (konz) MgO "	"	"	68	600°	Spur
Ni_2O_3, CuO "	"	"	77	650°- 700°	Spur

1) Isobutan (aus Alkohol, geruchlos mit aktiver Katalase).

Die angewandte Wassermenge ist etwa das 6-fache der theoretisch zur Bildung von CO nötigen. In Vergleich zu den übrigen Kohlenwasserstoffen neigt Propan wenig zur Russbildung. Der abgesetzte Kohlenstoff ist lockerer Russ; er fand sich nur an den obersten Kontaktschichten.

2) Höhere gesättigte Kohlenwasserstoffe (nur Versuche).

2a) Pentan (aus Petroleum von Kahlbaum; erwies sich zum größten Teil als Isopentan mit geringen Mengen der beiden anderen Isomere).

Kontakt	C_5H_{12} Ltr./Std.	Wasser ccm/Std.	Versuchs- dauer Stunden	Umsatz aus % C_5H_{12}	Russbildung
Ni_2O_3, V_2O_5 Kaolin	5	65	12	600° 3 %	- ? zerfall-
"	"	"	7	600° 4 %	-

1) Die angegebenen Temperaturen waren erforderlich zum Umsatz auf < 1 % Kohlenwasserstoffe in Erdgas.

Die Versuche lassen die Möglichkeit offen, dass geringe Mengen Butan in Gegenwart enthalten sein dürfen. Sie machen außerdem wahrscheinlich, dass sich Butan noch ohne Schwierigkeit einsetzen lassen wird.

Hexan (n-Hexan Kahlbaum).

Propan + 7% Propylen mit Hexandampf bei 0° gesättigt.

Umsetzung bisher nicht ohne Ausbildung möglich.

Kontakte: Ni₂O₃, V₂O₅, Kaolin u.ä.

Das Gasgemisch besteht aus einem Gasgemisch von Propan mit etwa 7% Propylen besteht. Daneben enthält das Gas in verschwindenden Mengen Butan + Butylen.

Ungesättigte Kohlenwasserstoffe.

Kontakte: Ni₂O₃ + UO₂ + Kaolin.

1) Acetylen (aus Alkohol, gesättigt mit aktiver Kohle).

Ein Gemisch von 10% C₂H₂ mit 90% N₂ oder CH₄.

Es zeigt nach 5 Tagen keine Ausbildung, wenn der Wasserdampfüberschuss etwa das 7-fache der zur CO-Bildung nötigen Menge mit die Kontaktemperatur in der obersten Schicht bereits über 600° beträgt.

Reist man das Gas in Kontakt auf, so verrusst der Kontakt an einer Stelle (etwa 10 cm von oben, wahrscheinlich einer ganz bestimmten Temperatur entsprechend). Vielleicht lässt sich auch

diese Verrossung vermeiden, wenn man einen noch größeren Wasserdampfüberschuss nimmt. Die Fragen werden z. B. noch näher nachgeprüft und die Versuche auf andere Kontakte ausgedehnt.

2) Propylen.

Bei allmät. technischen Propylen, das bis 1% Butadien enthält, wurden stets geringe Ausbeuten erhalten. Vermutlich vermindert die Diolenne besonders gefährliche Ausbilden.



ausführung) möglichst geschützt zu sein. Auch sind die ange-
 wendeten Propyl- und Isopropylalkohol gereinigt mit aktiver
 Kohle reigte mit 0,5%, 0,2%, gemischt das gleiche Verhalten wie
 Acetylen. Die Versuche werden auch hiermit fortgesetzt.
 tigen Gas-Dampfverhältnis und der richtigen Reaktionsgeschwindigkeit
 in einer besonderen Apparatur geprüft, um die Aktivität genauer
 festzustellen (elektrisch geleitetes H_2 -Lehr ca. 1 m lang
 2,2 cm i.W. mit abgeschlossener Kälteschleife; vgl. Skizze 2)

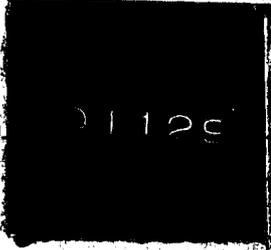
Zahlreiche Versuche wurden mit einem Gasgemisch vorgenom-
 men, welches in der Hauptsache aus Propan mit etwa 7 1/2% Propy-
 len besteht. Daneben enthält das Gas in wechselnden Mengen

Butan + Butylen.

Nachstehend eine Auswahl der längsten Dauerversuche.

Gründkontakt	Gas Ltr/Std.	Wasser cm/Std.	Versuchs- dauer Tage	Temp.	Russbildung
Gründkontakt 410	7	100	9 1/2	600° 600°	etwas Karr. rauh.
Ni-Oxyd V_2O_5 , Kaolin	"	"	5	700° 750°	kein Russ.
Ni-Oxyd V_2O_5 , MgO	"	"	17 1/2	700° 750°	etwas Russ.
Ni-Oxyd SnO_2 , MgO	"	"	14	700° 750°	kein Russ.
Ni-Oxyd V_2O_5 , Ta_2O_5	"	"	9 1/2	700° 750°	kein Russ.
Ni UO_2 , Al_2O_3	"	"	6 1/2	700° 750°	kein Russ.

Bei allen bisher geschilderten Versuchen in kleinem
 Massstab wurde absichtlich ein sehr hoher Wasserdampfdruck
 verwendet, um gegen Zufälligkeiten (kleine Störungen in der Ver-
 brennung) möglichst geschützt zu sein.



servufführung) möglichst geschützt zu sein. Auch sind die ange-
wendeten Kontaktmengen zu gross.

Insbesondere zweckmässig erscheinende Kontakte wurden
deshalb noch in etwas grösserem Massstab mit dem annähernd rich-
tigen Gas-Dampfverhältnis und der richtigen Raumgeschwindigkeit
in einer besonderen Apparatur geprüft, um die Aktivität genauer
festzustellen (elektrisch beleuchtetes Vig.-Rohr ca. 1 m lang
2,5 cm l.V. mit angeschlossener Kühlschlange; vgl. Skizze 2)

300 cm Kontakt - Propan Propylengemisch. (ca. 7/10 C₃H₈)

Kontakt	Gas Ltr./Std.	Wasser- Schwamm	Veruchs- dauer	Temp.	Russbildung
Grünkontakt 410	40	300 cm/Std.	5 1/2	700°	an Eingang
1. Hälfte NiV ₂ O ₅ -Kaolin	40	"	6	700°- 800°	an Eingang
2. Hälfte Grünkontakt 410	40	"	6 1/2	700°- 800°	wenig Russ.
Ni V ₂ O ₅ , MgO Kaolin	40	"	6 1/2	700°- 800°	Mitte wenig Russ.
Ni VO ₂ , Al ₂ O ₃	30	"	6 1/2	700°	kein Russ.

Die theoretisch erforderliche Wassermenge ist (CO-
Reaktion) für 40 Liter Propan etwa 80 g. Der Wasserdampf-
schutz ist also etwa das 3-fache des theoretisch nötigen Was-
sers. Bei geringeren Wassermengen bildet sich Russ. erhalten
werden aus 40 Liter Propan-Propylengemisch ca. 300 Liter Rus-
gas; diese Zahl entspricht ungefähr dem von uns bei Methan in
Grössen angewendeten Strömungsgeschwindigkeiten [100 Ltr. Kon-
takt - 80 cm Hdgas (20 cm Rohre) bzw. 40 Ltr. Kontakt -
40 cm Hdgas (15 cm Rohre)]. Bei grösseren Strömungsgeschwin-
digkeiten bildet sich anscheinend schneller Russ, jedoch be-
dürft dies noch der Nachprüfung. Es ergibt sich aus den Kontakt-

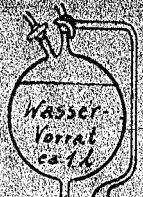
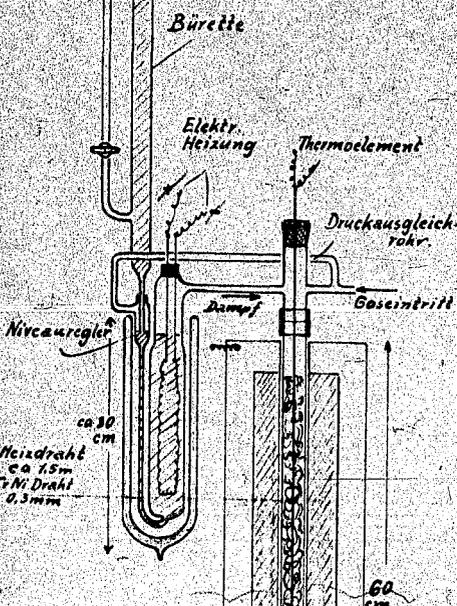
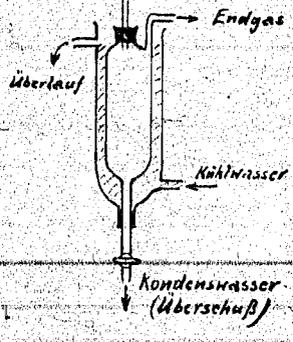
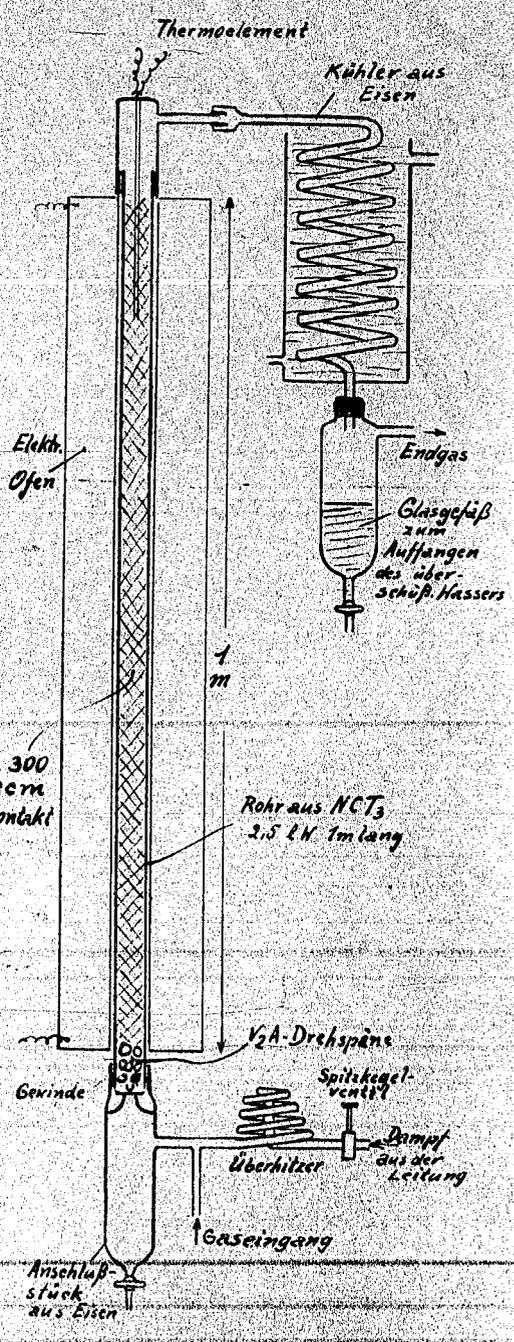


Fig. 1



Elektr. Ofen mit Eisenkern zur gleichmäßigen Temperatur-Verteilung.

Fig. 2



BAG No. 1

30/4.13

V. GASIFICATION

2. Sulfur Determination

01134

Ammoniaklaboratorium Oppau

Labor.Bericht Nr. 1435

vom 27. Mai 1936.

Dr. Fr. Grassner:

Apparate zur Bestimmung des Gesamtschwefels in
Gasen und des flüchtigen Schwefels in Kohlen.

Zurück an
Ammoniaklaboratorium Op

1435

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen/Rhein.
Ammoniaklaboratorium Oppau.

den 27. Mai 1936.

Apparate zur Bestimmung des Gesamtschwefels in Gasen
und des flüchtigen Schwefels in Kohlen.¹⁾

A. Gesamtschwefel in Gasen.

1) In einer früheren Abhandlung²⁾ wurde von uns eine Methode zur Bestimmung des Gesamtschwefels in Gasen beschrieben, nach der das zu untersuchende Gas in einer aus dem Pregl'schen Perlenrohr entwickelten Apparatur mit Sauerstoff an Platin verbrannt und die entstandene Schwefelsäure titrimetrisch oder mikrogravimetrisch als Bariumsulfat bestimmt wird. Die Apparatur, die sich für die Verbrennung von Gasen, die keine oder nur wenig Kohlenstoffverbindungen enthalten, bewährt hat, ist weniger brauchbar, wenn die Gase sehr viel Kohlenstoffverbindungen enthalten, z.B. Braunkohlengas, Propangas u. dergl.; die Verbrennungsgeschwindigkeit muss dann so klein gewählt werden, dass höchstens etwa 10 Liter Gas/Stunde verbrannt werden können, was bei geringem Schwefel-Gehalt der Gase dann zu recht langer Verbrennungsdauer führt. Demgegenüber bietet die im folgenden beschriebene neue Apparatur die Möglichkeit, auch sehr kohlenstoffreiche Gase rasch zu verbrennen und trotzdem die Absorption der entstandenen Schwefeloxycide quantitativ zu gestalten. Bei der Neukonstruktion wurde die lichte Weite des Verbrennungsrohres von 8 auf 14 mm vergrößert; an Stelle des Absorptionsteiles des Pregl'schen Perlenrohres wurde eine inten-

1) Lab. Tgb. Dr. Grassner Nr. 9, S. 131 ff.

2) Mikrochemie VI, 121 (1928).

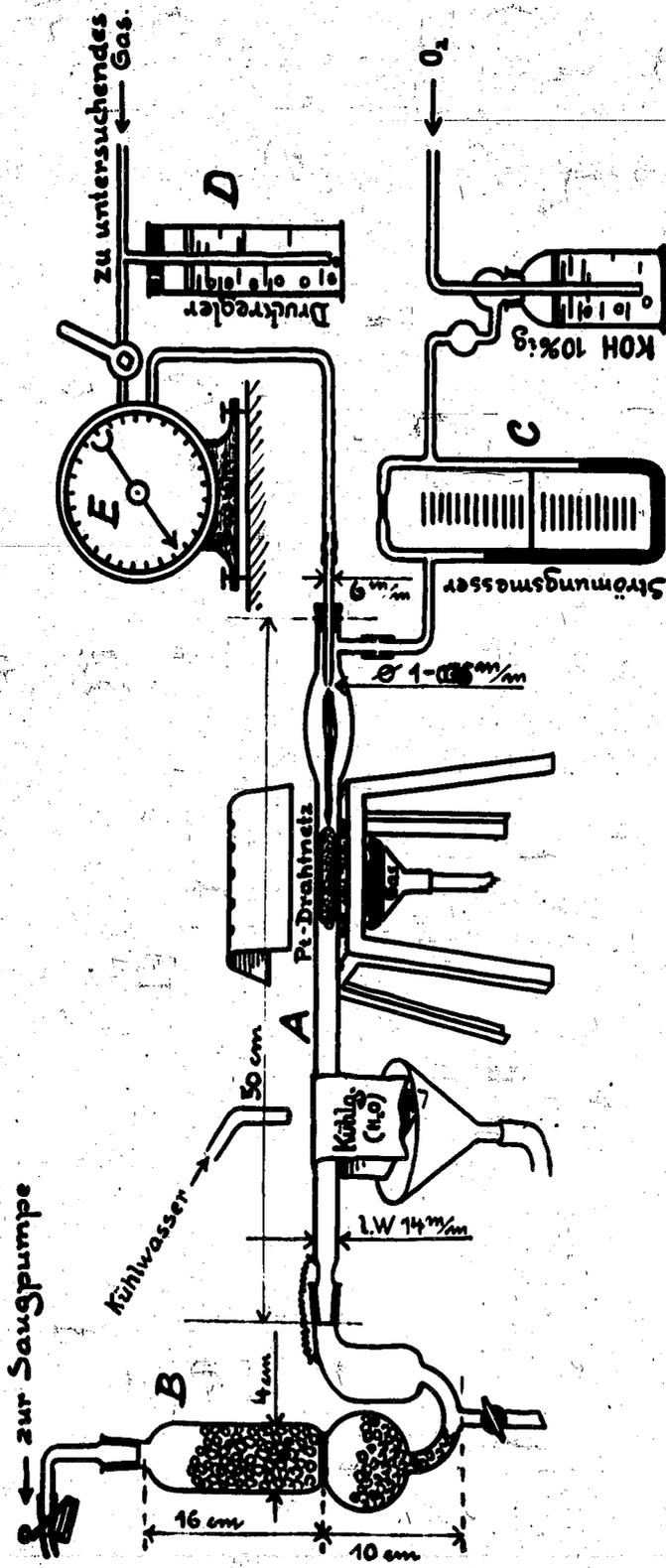
siver wirkende Absorptionsvorlage mit Glasfritteneinsatz, wie sie von Grote u. Krekeler¹⁾ beschrieben worden ist, eingefügt. Mit dieser Apparatur lässt sich nun z.B. Leuchtgas mit etwa 50 Liter, Propan mit etwa 25 Liter, Butan mit etwa 20 Liter/Stunde Strömungsgeschwindigkeit verbrennen. (Zeichnung Seite 3).

2. Die Apparatur besteht aus dem Bergkristallrohr A, das mit einem ca. 8 cm langen, gerollten Platinnetz beschickt und an einem Ende mit Normalschliff versehen ist, und der Absorptionsvorlage B; die Grössenmasse gehen aus der Zeichnung hervor. Die Vorlage²⁾ ist mit einer Glasfrittenplatte G 3 versehen und mittels Normalschliff an das Bergkristallrohr angeschlossen. In das Bergkristallrohr tritt über einen Gasstrommesser durch einen seitlichen Stutzen Bombensauerstoff ein; das zu untersuchende Gas strömt über einen Druckregler D und eine Gasuhr E ein und brennt aus einer verschiebbaren Vitreosilkapillare (ca. 0,75 bis 1 mm lichte Weite) in Sauerstoff ab. Zur Ausgleichung des Ueberdrucks wird die Absorptionsvorlage an eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen.

3. Die Inbetriebsetzung der Apparatur erfolgt in folgender Weise: Die Glasperlen der Vorlage B werden über und unter der Filterplatte mit je etwa 20 ccm 3%iger Perhydraulösung benetzt und die Vorlage an das Bergkristallrohr angeschlossen. Nachdem die Saugpumpe angestellt worden ist, wird das Platinnetz durch einen Bunsenbrenner zum Glühen gebracht und der Sauerstoffstrom eingeschaltet. Die Menge des Sauerstoffs ergibt sich aus der Art des zu verbrennenden Gases; z.B. benötigen 21,7 Liter Butan 146 Liter Sauerstoff. Man würde also in diesem Falle mit etwa 160 Liter Sauerstoff pro Stunde das Gas verbrennen. Auf alle Fälle ist darauf

1.) Ztschr.f.angew.Chem. 46, 106 (1933);

2.) Hergestellt von Fa.Schott u.Gen., Jena (D.R.P.).



Apparatur zur Bestg. des Gesamt-Schwefels in Gasen.

zu achten, dass im Verbrennungsrohr stets leichter Unterdruck herrscht, da sonst die Gasflamme erlöscht. Nach Durchspülen der Gasuhr mit dem zu untersuchenden Gas wird das aus der herausgenommenen Kapillare heraustretende Gas entzündet und das Flämmchen auf etwa 2 bis 3 cm Länge eingestellt. Man schiebt nun die Kapillare in das Bergkristallrohr ein; das Gas muss mit ruhiger, wagrechter Flamme abbrennen. Saugluft, Sauerstoff und Gas werden entsprechend einreguliert und während der Verbrennung, sofern nötig, entsprechend nachreguliert. Das bei der Verbrennung entstehende Verbrennungswasser sammelt sich allmählich in der Vorlage an und wird eventuell von Zeit zu Zeit nach kurzem Abstellen der Apparatur aus der Vorlage durch Druckluft ausgeblasen.

Nach Beendigung der Verbrennung wird der Gasstrom, dann die Saugluft und schliesslich der Sauerstoffstrom abgestellt; die Vorlage wird abgenommen und von oben mit destilliertem Wasser ausgespült (Druckluft). Das Bergkristallrohr wird ebenfalls ausgespült; die vereinigten Waschwässer werden auf der elektrischen Heizplatte auf etwa 20° ccm eingeeengt und in der filtrierten Lösung (möglichst kleines Volumen) die Schwefelsäure als Bariumsulfat gefällt. Die Aufarbeitung des Bariumsulfats erfolgt mikroanalytisch in bekannter Weise. Einige Untersuchungsergebnisse siehe nächste Seite.

4. Einige Untersuchungsergebnisse:

a) Leuchtgas Op.94: ca.20 bis 25 Liter Gas pro Stunde
(" 40 " 50 " Sauerstoff ")

14.10.35:	60,0 Ltr.Gas	=	230,5 mg S/cbm Gas
15.10.35:	55,0 " "	=	224,0 " " "
16.10.35:	55,0 " "	=	208,0 " " "
17.10.35:	55,0 " "	=	241,8 " " "
17.10.35:	75,0 " "	=	254,0 " " "
18.10.35:	60,0 " "	=	245,1 " " "
18.10.35:	50,0 " "	=	259,8 " " "

b) Wasserstoff aus Stahlflasche: ca.45 bis 50 Ltr.Wasserstoff/Std.
(" 50 " 60 " Sauerstoff ")

25.10.35:	300 Ltr.H ₂	=	0,36 mg S/cbm (abzügl.Blindvers.für
31.10.35:	210 " "	=	0,30 " " " Sauerstoff)

c) Sauerstoff aus Bombe:

400 Liter über Platin verbrannt	=	0,24 mg S/cbm
345,7 " " "	=	0,21 " " "

d) Propangas aus Stahlflasche: 20 bis 25 Ltr.Gas/Std
(140 " 150 " Sauerstoff/Std.)

18.11.35:	122,6 Ltr.Gas	=	5,50 mg S/cbm
19.11.35:	115,0 " "	=	4,65 " " "
21.11.35:	146,0 " "	=	4,20 " " "
22.11.35:	100,0 " "	=	4,67 " " "

e) Butangas aus Stahlflasche: 15 Ltr.Gas/Stunde
(160 bis 180 Ltr.Sauerstoff/Std.)

Flasche I, 28.11.35:	90 Ltr.Gas	=	2,38 mg S/cbm
2.12.35:	85 " "	=	2,74 " " "
6.12.35:	126,4 " "	=	2,44 " " "
" II, 16.12.35:	107 " "	=	1,24 " " "
18.12.35:	111 " "	=	1,00 " " "
19.12.35:	127 " "	=	1,39 " " "
20.12.35:	110 " "	=	1,49 " " "

f) Gase in der Gasfabrik Oppau.

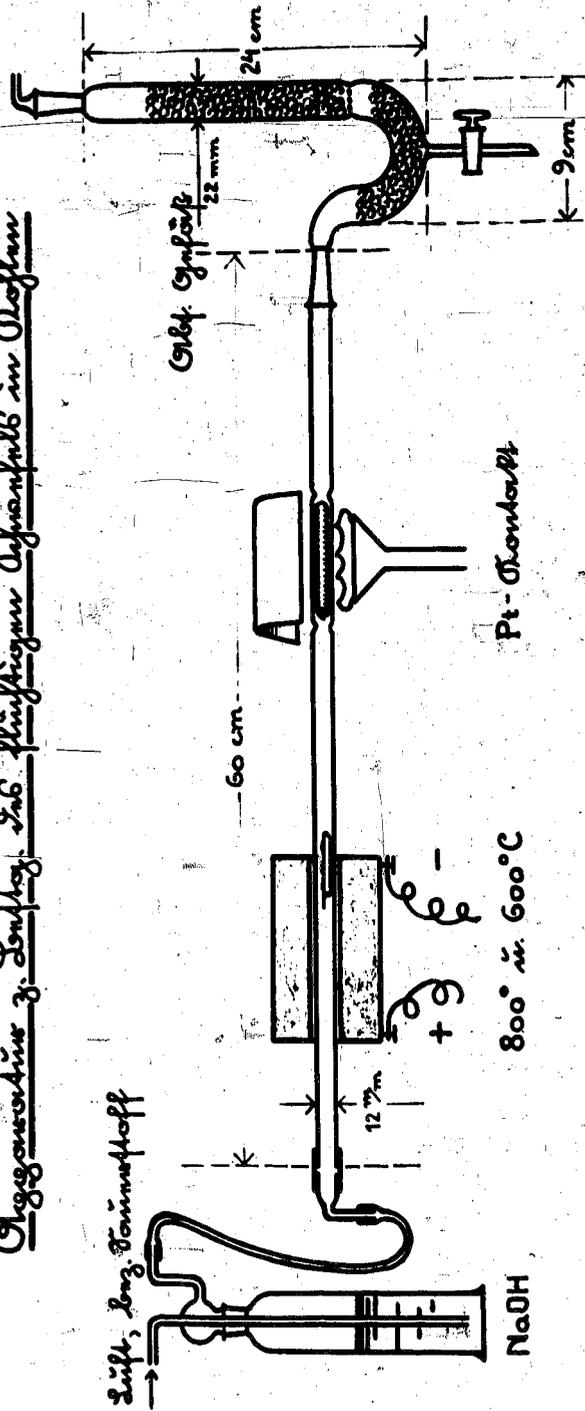
Gas	Datum	Liter	Zeit	Gesamt-S g/cbm red.	Organ.S +) g/cbm red.
Wassergas	25.2.36	20	90'	2,47	--
"	26.2.36	21	60'	2,99	--
"	27.2.36	27,5	80'	--	0,224
"	8.3.36	29,0	85'	--	0,148
Koksgas	26.2.36	21,0	90'	0,970	--
"	27.2.36	24,0	82'	1,200	--
"	28.2.36	22,0	100'	--	0,232
"	4.3.36	25,0	110'	--	0,250
Braunkoh- lengas	25.2.36	23,0	93'	0,920	--
"	26.2.36	20,0	95'	0,610	--
"	28.2.36	20,5	120'	--	0,145
"	4.3.36	46,0	125'	--	0,140
Kraftgas	25.2.36	20,0	140'	1,08	--
"	27.2.36	22,5	110'	1,26	--
"	27.2.36	20,0	80'	--	0,220
"	9.3.36	27,0	90'	--	0,119

+) nach H₂S-Entfernung durch Cadmiumacetat.

B. Bestimmung des flüchtigen Schwefels in Kohlen.

Zur Bestimmung des flüchtigen Schwefels in festen Brennstoffen (Steinkohle, Braunkohle, Briketts) wurde von uns bisher das Pregl'sche Perlenrohr in der Originalausführung von Pregl benutzt; neuerdings wurde der Absorptionsteil des Röhrchens durch eine Absorptionsvorrichtung mit Glasfritteneinsatz ersetzt. Die Anordnung geht aus der Zeichnung (Seite 7) hervor. Die Vorlage wird mit 15 cm einer 3 %igen Perhydrollösung beschickt; es werden ca.100 mg der Kohle im langsamen Luft- bzw. Sauerstoffstrom verbrannt. (Temperatur des elektrischen Ofchens bei Braunkohle 600°, bei Steinkohle 900°). Nach dem Ausspülen der Absorptionsvorlage und des Verbrennungsröhrchens wird die entstandene Schwefelsäure als Bariumsulfat mikroanalytisch bestimmt.

Regenerative Zersetzung des flüssigen Zinkfalls in Oefen



Z u s a m m e n f a s s u n g .

Die von Oppau angegebene Mikroapparatur (Mikrochemie VI, 121, 1928), in der die Bestimmung des Schwefels in Gasen durch Verbrennen dieser an Platin im Sauerstoffstrom erfolgt, lässt sich sehr zweckmässig mit der Absorptionsapparatur von Grote u. Krekeler (Ztschr. f. angew. Chem. 46, 106, 1933) kombinieren; der Vorteil dieser kombinierten Apparatur liegt in der Möglichkeit, auch sehr kohlenstoffreiche Gase rasch verbrennen und trotzdem die Absorption des entstandenen Schwefeldioxyds bzw. -trioxyds quantitativ gestalten zu können.

Die Ergebnisse von Schwefelbestimmungen nach dieser Methode in einer Reihe von Gasen (Leuchtgas, Wasserstoff, Sauerstoff, Propan, Butan, Wassergas, Koksgas, Braunkohlengas und Kraftgas) werden mitgeteilt.

Auch eine Apparatur zur Bestimmung des flüchtigen Schwefels in festen Brennstoffen wird beschrieben.

Gassner

Analytisches Laboratorium Oppau, 27. Mai 1936.

Oppau

BAG No. 1

30/4.13

IV, GASIFICATION

3. Gas ANALYSIS

01144

Ammoniaklaboratorium Op.

Herrn Dr. Hütner & Geb.

Labor. Bericht Nr. 1599

vom 22. April 1938.

Dr. Fr. Grassner:

Untersuchung von Saarferngas (Schwefelverbindungen,
Gehalt an Benzol, Cyan und Acetylen).

~~Zurück an
Stickstoffversai B.~~

0114E

Untersuchung von Saarferngas.

(Schwefelverbindungen; Benzolgehalt, Cyan und Acetylen).

Für die Verarbeitung des Saarferngases auf Wasserstoff, Methan usw. war es von Wichtigkeit, die Nebenbestandteile und Verunreinigungen des Gases kennen zu lernen; insbesondere sollten die in dem Gas enthaltenen Schwefelverbindungen näher untersucht werden. Das Gas wurde für die einzelnen Untersuchungen im Analytischen Laboratorium Oppau entnommen; die technische Gasanalyse (Dr. Hieke) ergab folgende Zusammensetzung des Saarferngases:

CO ₂	: 2,6; 2,6; 2,7; 2,7	%
Unges. Kohlenwasserstoffe	: 3,1; 3,1; 3,0; 3,0	%
O ₂	: 0,5; 0,5; 0,7; 0,7	%
CO	: 7,2; 7,3; 7,2; 7,3	%
H ₂	: 52,3; 53,0; 51,9; 52,7	%
CH ₄	: 25,8; 26,2; 26,0; 26,3	%
N ₂	: 8,5; 7,3; 8,5; 7,3	%

I. Die Schwefelverbindungen.

A) Die Bestimmung des Gesamtschwefels wurde durch Verbrennung von etwa 50 bis 100 Liter Gas mit gereinigter Luft an Platinnetz¹⁾ durchgeführt; im erhaltenen Kondensat wurde

1) Lab. Ber. Dr. Grassner, Ammoniaklabor. Oppau Nr. 1435 vom 27.5.36.

SO₄" über BaSO₄ ermittelt. Die im Verlauf von 60 Tagen erhaltenen Schwefelwerte schwankten von 105,9 mg bis 171,1 mg Gesamt-S / cbm Gas red.; die einzelnen Werte sind aus der folgenden Zusammenstellung ersichtlich:

mg Gesamt S / cbm Gas red.		
20.11.37 = 123,5	7.2.38 = 116,6	7.3.38 = 132,5
23.11.37 = 120,5	8.2.38 = 125,0	8.3.38 = 117,2
23.11.37 = 124,2	9.2.38 = 127,6	9.3.38 = 144,6
24.11.37 = 126,5	10.2.38 = 110,0	10.3.38 = 139,5
3.12.37 = 109,3	11.2.38 = 127,6	11.3.38 = 138,6
28.12.37 = 110,1	14.2.38 = 107,0	12.3.38 = 117,3
17.1.38 = 107,3	16.2.38 = 109,4	14.3.38 = 145,4
18.1.38 = 138,9	18.2.38 = 109,0	15.3.38 = 142,4
20.1.38 = 143,2	21.2.38 = 105,9	16.3.38 = 137,1
20.1.38 = 137,0	22.2.38 = 110,3	17.3.38 = 153,3
21.1.38 = 141,3	23.2.38 = 132,2	21.3.38 = 171,1
26.1.38 = 131,6	24.2.38 = 126,9	22.3.38 = 131,4
27.1.38 = 134,7	25.2.38 = 128,6	23.3.38 = 124,6
28.1.38 = 143,8	26.2.38 = 135,0	24.3.38 = 121,2
31.1.38 = 116,0	28.2.38 = 120,6	28.3.38 = 118,7
1.2.38 = 125,0	1.3.38 = 128,6	29.3.38 = 135,7
2.2.38 = 127,7	2.3.38 = 117,4	30.3.38 = 137,5
2.2.38 = 133,5	3.3.38 = 140,6	31.3.38 = 137,4
3.2.38 = 116,5	4.3.38 = 145,0	2.4.38 = 134,2
4.2.38 = 125,2	5.3.38 = 146,9	3.4.38 = 149,4

Mittelwert aus 60 Tagen : 128,9 (105,9-171,1) mg S
pro cbm Gas red.

B) Anorganische Schwefelverbindungen (H₂S) konnten nicht nachgewiesen werden; Cadmiumacetatlösung blieb bei tagelangem Durchleiten des Gases völlig klar und farblos.

C) An organischen Schwefelverbindungen kommen in Betracht: Schwefelkohlenstoff, Mercaptane (C_xH_y-SH) ev.auch Thioaether (C_xH_y-S-C_xH_y) u.ä., Thiophene und Kohlenoxysulfid. Die Bestimmung dieser Schwefelverbindungen wurde in folgender Weise vorgenommen:

Das Gas passierte nach Durchströmen eines Trockengasmessers und eines Chlorcalciumturmes ein auf -80° gekühltes Ausfriergefäß, das etwa 10 ccm absoluten Alkohol enthielt (oder mit Silberwolle¹⁾ gefüllt war). In diesem Ausfriergefäß wurden neben Benzol, dessen Homologen, Thiophenen und höher siedenden Mercaptanen, Thioaethern u. dergl. insbesondere Schwefelkohlenstoff herauskondensiert. Das Gas strömte dann durch zwei Energiewaschflaschen (eine mit Glasfritte), die mit je 400 ccm eines Gemisches von etwa 300 ccm ca. 1-n. methylalkoholischer Kalilauge und etwa 100 ccm ca. 1-n. wässriger Kalilauge beschickt waren; Kohlenoxysulfid bildet mit der alkoholischen Lauge die Verbindung $\text{CO}_2\text{S}(\text{CH}_3)\text{K}$. Daran schlossen sich zwei gewöhnliche kleine Waschflaschen, die mit destilliertem Wasser beschickt waren. Das Gas wurde mit etwa 15 bis 20 Liter Stundengeschwindigkeit mittels der Wasserstrahlpumpe durch die Waschvorrichtungen gesaugt; insgesamt wurden etwa 250 Ltr. Gas jeweils für eine Bestimmung verwendet.

1) Schwefelkohlenstoff.

Bei den ersten Versuchen zur Bestimmung des Schwefelkohlenstoffs wurde in der Weise verfahren, dass in dem im Absorptionsgefäß befindlichen Aethanol, das Benzole, Thiophene, Mercaptane u.ä. neben Schwefelkohlenstoff enthielt, letzterer kolorimetrisch nach Tischler²⁾ bestimmt wurde. (Man versetzt mit einer alkoholischen Diaethylaminlösung und gibt Kupferacetat hinzu; es bildet sich das tief goldgelb gefärbte Cu-salz der Diaethyldithiocarbaminsäure). Oder man erwärmte das mit Silberwolle beschickte Absorptionsgefäß auf etwa 50° ³⁾ und trieb den Schwefelkohlenstoff mit Luft in aethylalkoholische Kalilauge über. Das entstandene Kaliumaethylxanthogenat wurde mit Kupfersulfat titriert⁴⁾. Von

- 1) Vergl. dazu Bericht Merseburg (Abt. f. Wirtschaftsprüfung) Nr. 26 vom 1.8.35: CS_2 in Krackgasen.
- 2) Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 4 (1932) S. 146.
- 3) Siehe den oben erwähnten Bericht von Leuna Anm. 1).
- 4) J. Macagno, Gaz. chim. ital. 10, 485; W. Huff: CBLI. 2418 (1926).

beiden Methoden wurde aber deshalb Abstand genommen, weil bei der kolorimetrischen Methode allem Anschein nach infolge der Verunreinigungen (Benzole usw) keine gut reproduzierbaren Werte erhalten wurden; bei der titrimetrischen Methode war der Umschlag unscharf.

Am besten bewährte sich die direkte Bestimmung des Schwefelkohlenstoffs in etwa 30 bis 50 Ltr. Gas nach einer neueren Methode der South Metropolitan Gas Co.¹⁾; sie wurde für die weiteren Untersuchungen benutzt:

Man saugte ca. 30 bis 50 Ltr. des ~~mit Cadmiumacetatlösung gewaschenen~~ und in einem Chlorcalciumturm getrockneten Gases mit ca. 8 Ltr./Std. Strömungsgeschwindigkeit durch 20 bis 30 ccm einer 1 %igen Lösung von Piperidin (rein) in Monochlorbenzol (rein). Die Lösung befand sich in zwei kleinen Waschfläschchen oder in zwei kleinen Zehnkugelhöhen; ein Gasmesser schloss sich an. (Die Lösung verdunstet etwas, weshalb man nach einiger Zeit wieder eine kleine Menge der Piperidinlösung hinzufügte). Es bildete sich eine der Diaethyl-dithiocarbaminsäure analoge Piperidinverbindung, die mit Cu-salzen (z.B. Kupferoleat) ein intensiv braunes Cu.salz bildet.

Nach dem Durchleiten spülte man die Waschfläschchen usw. mit Piperidin-Chlorbenzollösung aus und füllte auf 25 bis 50 ccm im Messzylinder auf. Zu einem aliquoten Teil, z.B. 20 ccm gab man 5 ccm einer 0,25 %igen Lösung von Kupferoleat in Monochlorbenzol und verglich mit Standardlösungen, z.B. 20 ccm Piperidin-Monochlorbenzol-Lösung + 0,9408 mg CS₂ - S + 5 ccm Kupferoleatlösung, nach 5 Min. in einem passenden Kolorimeter. Thiophen reagiert nicht, Kohlenoxysulfid gibt eine ähnliche Farbreaktion, die aber nach 5 Min. abblasst. Mercaptane stören kaum; sie sind in dem untersuchten Gas auch nur in geringer Menge enthalten (siehe später). S. 5.

1) Ref. Brennstoffchemie 18 (1937) S. 465.

2) Kohlenoxysulfid.

Der Inhalt der beiden Methanol-Kalilauge-Waschflaschen (siehe Seite 3), die neben Kaliumcarbonat die Verbindung zwischen Kohlenoxysulfid und alkoholischer Kalilauge enthalten, wurde mit Wasser in zwei geräumige Porzellanschalen übergespült und je 100 bis 200 ccm schwefelfreies Perhydrol-Merck zugegeben. Nach dem Einengen auf dem Wasserbad wurde der Schaleninhalt mit verdünnter Salzsäure angesäuert, in ein geräumiges Becherglas übergespült und Sulfat als $BaSO_4$ gefällt. Da das erhaltene $BaSO_4$ Ba-salze organischer Säuren enthalten kann, wurde es in einem Platintiegel mit Soda-Pottasche geschmolzen und erneut gefällt.

3) Meraptane u.ä.

Meraptane bilden mit Metallen Metallsalze; Aethylmercaptan z.B. gibt mit $HgCl_2$ eine Verbindung: C_2H_5SHgCl (Beilstein). Für unsere Versuche wurde eine etwa $1/10$ -n. $HgCl_2$ -Lösung, der etwas festes Natriumacetat zugesetzt worden war, benutzt.

Verhalten anderer organischer S-Verbindungen gegenüber der $HgCl_2$ -Lösung.

ca. 5 mg Thiophen + 20 ccm $1/10$ -n. $HgCl_2$ -Lös.	= nach 1 Stunde schwach trüb.
" 5 " Aethylmercaptan + " " " "	= sofort dicker, voluminöser Niederschlag.
" 5 mg Schwefelkohlenstoff + " " " "	= keine Reaktion.
" 5 " Diaethylsulfid + " " " "	= allmähliche Kristallabscheid.

Kohlenoxysulfid reagiert wohl mit alkalischer, aber kaum mit sauren oder neutralen Metallsalzlösungen ¹⁾.

1) Lab. Ber. Dr. Wachenheim, Amm. Lab. Op. Nr. 46 v. 22.6.1918.

2) Kohlenoxysulfid.

Der Inhalt der beiden Methanol-Kalilauge-Waschflaschen (siehe Seite 3), die neben Kaliumcarbonat die Verbindung zwischen Kohlenoxysulfid und alkoholischer Kalilauge enthalten, wurde mit Wasser in zwei geräumige Porzellanschalen übergespült und je 100 bis 200 ccm schwefelfreies Perhydrol-Merck zugegeben. Nach dem Einengen auf dem Wasserbad wurde der Schaleninhalt mit verdünnter Salzsäure angesäuert, in ein geräumiges Becherglas übergespült und Sulfat als BaSO_4 gefällt. Da das erhaltene BaSO_4 Ba-salze organischer Säuren enthalten kann, wurde es in einem Platintiegel mit Soda-Pottasche geschmolzen und erneut gefällt.

3) Meraptane u.ä.

Meraptane bilden mit Metallen Metallsalze; Aethylmercaptan z.B. gibt mit HgCl_2 eine Verbindung: $\text{C}_2\text{H}_5\text{SHgCl}$ (Beilstein). Für unsere Versuche wurde eine etwa 1/10-n. HgCl_2 -Lösung, der etwas festes Natriumacetat zugesetzt worden war, benutzt.

Verhalten anderer organischer S-Verbindungen gegenüber der HgCl_2 -Lösung.

ca. 5 mg Thiophen + 20 ccm 1/10-n. HgCl_2 -Lös.	= nach 1 Stunde schwach trüb.
" 5 " Aethylmercaptan + " " " "	= sofort dicker, voluminöser Niederschlag.
" 5 mg Schwefelkohlenstoff + " " " "	= keine Reaktion.
" 5 " Diaethylsulfid + " " " "	= allmähliche Kristallabscheid.

Kohlenoxysulfid reagiert wohl mit alkalischer, aber kaum mit sauren oder neutralen Metallsalzlösungen ¹⁾.

1) Lab. Ber. Dr. Wachenheim, Amm. Lab. Op. Nr. 46 v. 22.6.1918.

Etwa 200 Liter Gas wurden über einen Trockengas -
messer durch zwei Waschflaschen, die je etwa 300 bis 400 ccm
einer ca. 1/10-n. Mercurichloridlösung und einige Gramm Na-
triumacetat enthielten, gesaugt. (Strömungsgeschwindigkeit
ca. 20 bis 25 Ltr/Std.). Der gelblich-weiße Niederschlag
wurde auf einem Glasfiltertiegel gesammelt, mit Wasser gut
ausgewaschen, bei 105° getrocknet und gewogen. In einem
Teil (ca. 0,5 g) wurde der S-Gehalt (z.B. nach Carius) be-
stimmt, wobei das erhaltene BaSO₄ mikroanalytisch aufgear-
beitet wurde. Der gefundene Schwefel wurde auf die Gesamtmenge
des Niederschlages und dann auf mg S / cbm Gas umgerechnet.
Der Niederschlag hatte im Durchschnitt folgende Zusammen-
setzung:

Hg = 80,20 %; Cl = 12,61 %; N = 0,16 %; S = 0,022 %;
C = 3,15 %; H = 0,36 %; er besteht in der Hauptsache aus
Quecksilberchlorür (ber. 85,1 % Hg und 14,9 % Cl) und enthält
neben etwas Hg-acetylid und -cyanid die S-Verbindungen der
Mercaptane, Thioaether, Thiophene u. dergl.

4) Thiophen.

Versetzt man eine Thiophenlösung in Benzol oder
Aethanol mit einer schwefelsauren Mercurisulfatlösung im
Ueberschuss, so scheidet sich eine Quecksilberthiophenver-
bindung ab, die nach Deniges¹⁾ die Zusammensetzung :
(HgSO₄ · HgO)₂ C₄H₄ S + 2 H₂O hat; Thiophen kann auf diese
Weise quantitativ bestimmt werden. Versuche mit reinen
Thiophenlösungen in Aethanol (z.B. 1,299 g Thiophen in 1 Ltr
Aethanol; davon 10 ccm = 12,99 mg Thiophen) gaben zufrieden-
stellende Ergebnisse; enthielt aber die Lösung noch Mer-
captane (z.B. Aethylmercaptan), so fielen die Werte zu hoch
aus²⁾. Aus diesem Grunde schied auch eine Bestimmung der

1) C.r. 120, S.781; Ber. 27 (1895), S.348.

2) Schwalbe (Ber. 38 (1905), S.2208) erhielt bei der Bestim-
mung des Thiophens im Benzol nach der Deniges-Methode
zu hohe Thiophenwerte.

Thiophene in dem im Absorptionsgefäß (S.3) befindlichen Aethanol, das neben Benzol, Merkaptanen u.ä. auch die Thiophene enthielt, aus; aus dem Gewicht des gelblichen (statt rein weissen) Niederschlags errechneten sich viel zu hohe Thiophenwerte.

Es wurde deshalb zur Bestimmung der Thiophene in folgender Weise verfahren:

Bei der Bestimmung der Benzole im Gas (s. Seite 9) werden diese an aktiver Kohle adsorbiert; mit den Benzolen scheiden sich von dem im Gas befindlichen organischen Gesamt-Schwefel (im Durchschn. 128,9 mg S/cbm) im Mittel = 7,5 mg S/cbm = 5,8 % des Gesamt-S ab. Darunter befinden sich neben anderen organischen S-Verbindungen (Merkaptanen u.ä.) Thiophen und dessen Homologe. Vorversuche ergaben, dass bei der Destillation der Benzole, insbesondere die Fraktionen zwischen 79° und 100° (und auch noch zwischen 100° und 135°) die Thiophenreaktion mit Isatin-Schwefelsäure zeigten.

Siedekurve der Benzole im Saarferngas:

(60 ccm der mittels aktiver Kohle aus 60 cbm Gas erhaltenen Benzole wurden destilliert):

Siedebeginn	:	26° / 765,5	
1) bis 75°	:	12,5 ccm	
2) " 79°	:	5,5 "	
3) " 100°	:	21,0 "	{ Thiophene ++ }
4) " 135°	:	16,1 "	" + }
Rückstand	:	4,2 "	
		59,3 ccm	

Eine direkte kolorimetrische Bestimmung der Thiophene nach Art der Thiophenbestimmung in Benzol nach Schwalbe¹⁾ in den einzelnen Fraktionen war nicht möglich, weil diese noch andere die Isatin-Schwefelsäure-Reaktion störende Stoffe enthielten. Es wurde deshalb nach Dimroth²⁾ nach Art der Isolierung

1) Ch. Ztg. 1905, 29 S. 895.

2) Ber. 32 (1899), S. 759; Ber. 35 (1902), S. 2035.

des Thiophens aus Handelsbenzol gearbeitet :
 Je 10 ccm der Fraktionen 3 und 4 wurden mit 15 ccm einer
 Lösung von 40 g HgO in 300 ccm Wasser und 40 ccm Eisessig
 am Rückflusskühler ca. 3/4 Stunden gekocht. Der entstandene
 Niederschlag (Thiophenquecksilberdiacetat und andere S-hal-
 tige Kondensationsprodukte) wurde abfiltriert, mit Alkohol
 und Aether ausgewaschen und nach Zusatz von verd. Salzsäure
 mit 5 ccm thiophenfreiem Benzol destilliert. Im Destillat
 wurde Thiophen kolorimetrisch nach Schwalbe¹⁾ bestimmt.

Gefunden: Frakt. 3 (21 ccm) = 0,025 g Thiophen
 " 4 (16,1 ") = 0,012 g "
 0,037 g Thiophen in 60 ccm Gas
 entspr. 0,6 mg Thiophen oder 0,2 mg Thiophen-S im ccm Gas.

Es handelt sich also um Thiophengehalte im Saarferngas, die
 < 1 mg S / ccm Gas betragen. Die Ergebnisse der Bestimmung
 der S-Arten im Saarferngas zeigt die folgende Zusammenstel-
 lung :

mg S / ccm Gas red.

Datum 1938	a S als CS ₂	b S als COS	c S als Merkaptane Thioäther u.ä.	d S als Thiophen	zusammen a-d	gefunden Ges.S dch. Verbrenn.
27.-28.1.	32,3	90,0	8,9	< 1 mg	131,2	134,7
31.1.-1.2.	30,4	80,1	7,0	"	117,5	120,0
9.2.-10.2.	37,5	78,0	4,9	"	120,4	127,6
11.-13.2.	32,0	79,0	3,5	"	114,5	117,3
14.-15.2.	38,9	78,2	1,4	"	118,5	107,0
16.-17.2.	37,4	71,8	2,4	"	111,6	109,4
21.-22.2.	48,6	67,6	2,1	"	118,3	110,3
23.-24.2.	47,5	77,7	3,9	"	129,1	129,6
2.3.-3.3.	35,2	90,4	5,9	"	131,5	129,0
4.-5.3.	44,4	94,5	6,5	"	145,4	145,9
7.-8.3.	43,0	75,5	3,0	"	121,5	124,9
11.-12.3.	41,8	82,4	3,5	"	127,7	127,9
14.-15.3.	60,0	84,0	4,5	"	148,5	143,9
16.-17.3.	42,0	102,0	5,4	"	149,4	145,2
21.-22.3.	54,4	91,0	7,5	"	152,9	151,2
23.-24.3.	40,0	90,2	7,0	"	137,2	122,9
28.-29.3.	43,0	70,0	6,7	"	119,7	118,7
30.-31.3.	45,7	94,0	3,8	"	143,5	137,5
2.4.-3.4.	54,0	91,6	2,1	"	147,7	141,8
Mittel aus 59 Tagen	42,5 (30,4- 60,0)	83,6 (67,6- 102,0)	4,7 (1,4-8,9)	< 1 mg	-	-

1) Ch.Ztg.1905, 29 S.895.

II. Benzole.

Die Benzolbestimmung erfolgte nach der Methode von Berl¹⁾ durch Ueberleiten des Gases über aktive Kohle (T-Kohle), Freimachen der Benzole aus der Kohle durch überhitzten Wasserdampf und Messen in einer Mikrobürette. In den Benzolen wurde jeweils eine S-Bestimmung ausgeführt; auch die Thiophenbestimmung (s. Seite 7.) wurde in einzelnen Benzolfractionen durchgeführt. (Das Siedeverhalten der Benzole s.S.7)

Datum	ccm Benzole im cbm/Gas red.	mg S/cbm Gas red., der mit den Benzolen an T-Kohle absorbiert wird
22.-24.11.37	1,68	} 8,8
25.-26.11.37	1,06	
27.-29.11.37	1,28	
9.-11.12.37	1,34	8,7
11.-13.12.37	1,10	7,9
24.-27.12.37	1,21	6,8
10.-12.1.38	1,16	9,9
24.-26.1.38	1,37	7,6
29.-31.1.38	1,13	6,7
5.- 7.2.38	1,11	7,0
22.-24.2.38	1,14	5,8
3.- 5.3.38	1,28	7,3
5.- 7.3.38	1,17	6,5
Mittel aus 38 Tg.	1,23 (1,06-1,68)ccm Benzole/cbm Gas red.	

III. Gesamt-Cyan.

Die Bestimmung erfolgte nach Drehschmidt²⁾, indem etwa 500 bis 800 ltr Gas in etwa 16 Std. durch zwei Glockenwaschflaschen gesaugt wurden, die jede mit einem Gemisch von 50 ccm 10 %iger frischer Ferrosulfatlösung und 100 ccm 25 %iger Natronlauge beschickt waren. Nach dem Ausspülen der Waschflaschen wurde die Flüssigkeit mit Salzsäure angesäuert, das Berliner Blau abfiltriert (ev.gehärtetes Filter) und mit

1) Zt. angew. Chem. 34, 1921, S.125.
2) Lunge-Berl, Methoden 1923, III, S.99.



wenig kaltem Wasser ausgewaschen¹⁾. (Das Eisenchlorid braucht nicht quantitativ ausgewaschen zu werden). Das Filter wurde auf dem Dampfbad in einem Becherglas mit etwas 10 %iger Kalilauge erwärmt und die entstandene Ferrocyanid-Lösung über ein Glasfilter abgesaugt. Nach dem Auswaschen des Filters wurde die Flüssigkeit in einer Platinschale mit Schwefelsäure abgedampft und der Rückstand schwach geglüht. Die Aufarbeitung des Eisenoxydes erfolgte entweder gravimetrisch, jodometrisch oder kolorimetrisch (1 g Fe = 2,79 g Cyan).

Datum	mg Gesamt-Cyan/cbm Gas red.
3.- 4.3.38	1,70
7.- 8.3.38	0,25
9.-10.3.38	0,44
11.-12.3.38	4,90
14.-15.3.38	3,43
16.-17.3.38	3,50
22.-23.3.38	9,60
24.-25.3.38	12,00
27.-28.3.38	7,40
29.-30.3.38	1,80
31.3.38	1,70
1. - 2.4.38	1,10
2. - 3.4.38	0,46

Mittelwert aus 25 Tagen = 3,7 (0,25 bis 12,0) mg Cyan / cbm

IV. Acetylen.

In einer geeichten Gaswurst wurden etwa 2 Liter Gas mit 50 ccm Ilosvay'schem Reagenz geschüttelt; das entstandene Kupfersalz wurde durch ein Glasfilter abfiltriert und massanalytisch nach Willstätter u. Maschmann²⁾ bestimmt. (1 ccm 1/10-n. KMnO_4 = 1,301 mg Acetylen). :

1) F. Weisser, Chem. Ztg. 36 (1912) S. 1285.

2) Ber. 53, (1920), S. 939.

Datum	g Acetylen/cbm Gas red.
7.1.38	2,02
14.1.38	1,81
15.1.38	2,00
4.3.38	2,39
7.3.38	1,70
8.3.38	2,33
9.3.38	2,26
10.3.38	2,26
11.3.38	2,58
14.3.38	1,98
15.3.38	1,87
Mittel aus 11 Tagen	2,12 (1,76-2,58)

Z u s a m m e n f a s s u n g .

Das Saarferngas wurde einer eingehenden Untersuchung auf Nebenbestandteile und Verunreinigungen unterzogen; es wurde gefunden im Kubikmeter Gas red.:

- a) Gesamt-S = 128,9 (105,9-171,1) mg S; Mittel aus 60 Tg.
- b) Schwefelkohlenstoff = 42,5 (30,4-60,0) " " " " 39 "
- c) Kohlenoxysulfid = 83,6 (67,6-102,0) " " " " 39 "
- d) Mercaptane = 4,7 (1,4-8,9) " " " " 39 "
- e) Thiophene = 1 mg
- f) Benzole = 1,23 (1,06-1,68) ccm " " 38 "
- g) Cyan = 3,7 (0,25-12,0) mg " " 25 "
- h) Acetylen = 2,12 (1,76-2,58) g " " 11 "

Garner

Analytisches Laboratorium Oppau, 22. April 1938.

Lukas

21157

BAG No. 1

30/4.13

V. GASIFICATION

4. Nomograms

*Vol. Vergrößerungsfaktor und Reaktionsdampf
in Abhängigkeit vom CO Gehalt
im Mischgas und Kontaktgas*

Nomogramm 1

<i>% CO im Mischgas</i>	<i>Reaktions g. in g/m³ Mischgas</i>	<i>F</i>	<i>% CO im Kontaktgas</i>
40	280	1.38	7
39		1.37	
38	270	1.36	
37	260	1.35	
36	250	1.34	
35	240	1.33	
34	230	1.32	
33	220	1.31	2
32	210	1.30	
31	200	1.29	
30	190	1.28	
29	180	1.27	
28	170	1.26	
27	160	1.25	3
26	150	1.24	
25	140	1.23	
24	130	1.22	
23	120	1.21	
22	110	1.20	4
21	100	1.19	
20	90	1.18	
19	80	1.17	
18	70	1.16	
17	60	1.15	
16	50	1.14	
15	40	1.13	5

*Spezial-Diagramm Nr. 124/111
B.S. 1-5*

01159

mm 1

% CO im Kontaktgas
7

2

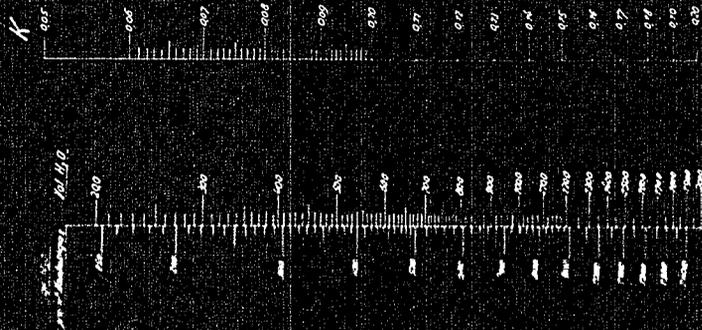
3

4

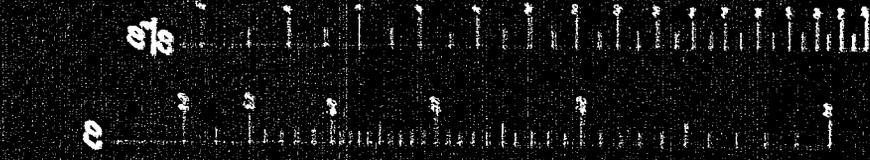
5

Memogramm 2

$\frac{H_2 \cdot CO}{10}$



$\frac{CO}{10}$

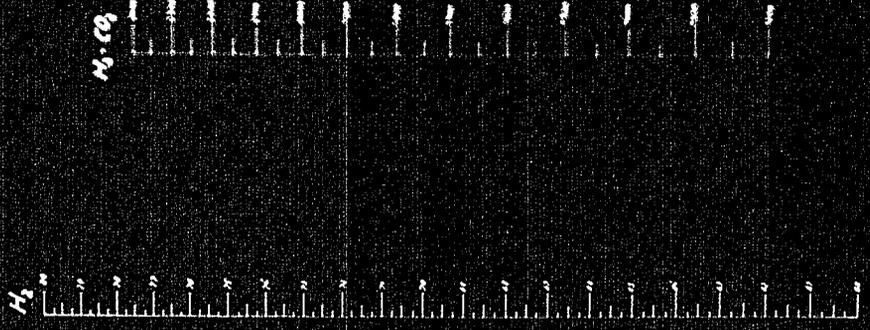


Wassergasgleichgewicht

$\frac{CO}{10}$



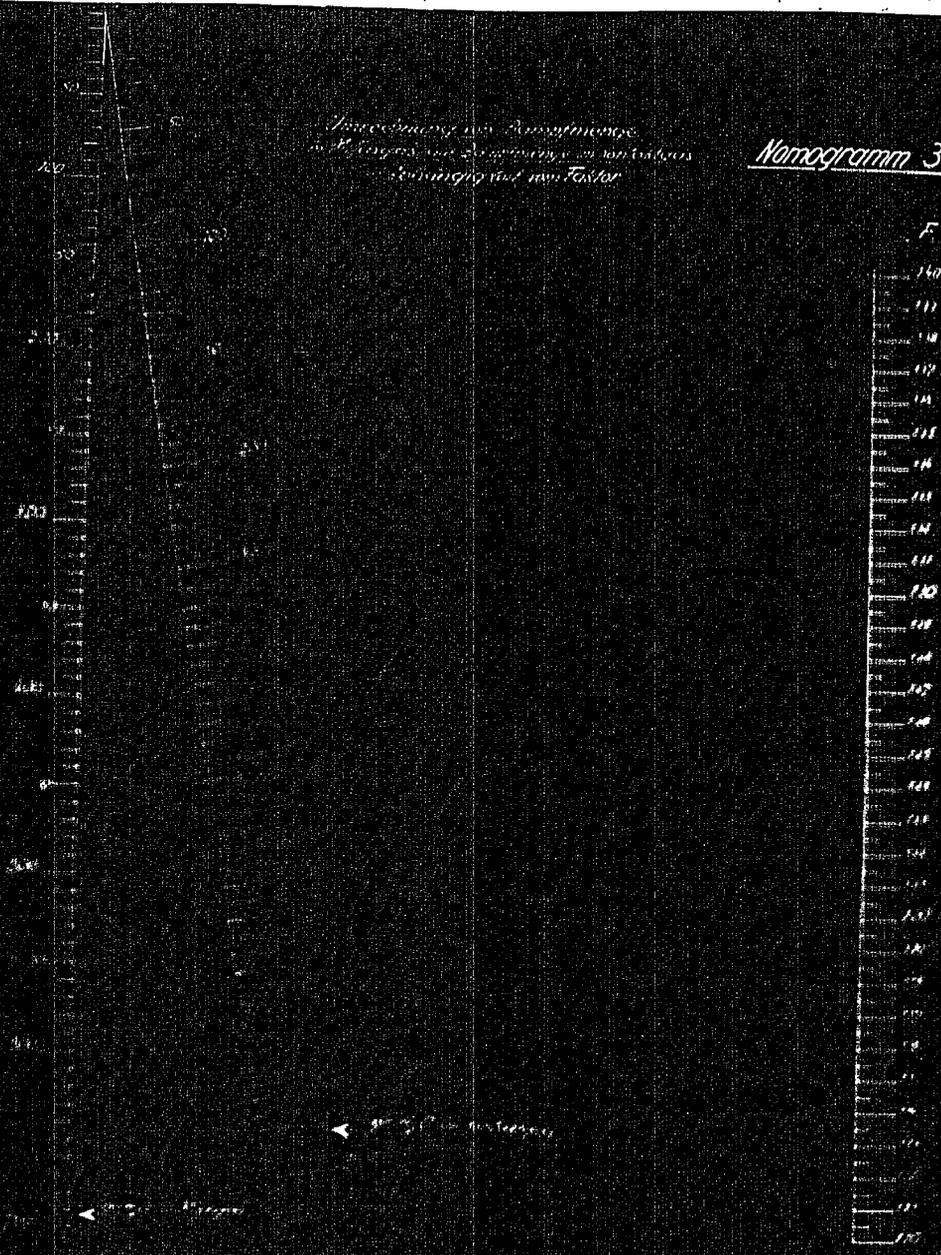
$H_2 \cdot CO$



01160

*Handrechnung zur Ermittlung
 der Kollisions- und Zerschlagungs- und
 Schwingungsdauer von Fächern*

Nomogramm 3



011611

gramm 3

F



Umrechnung von CO₂ u H₂ % im Mischgas
auf % CO₂ u H₂ im Kontaklgas

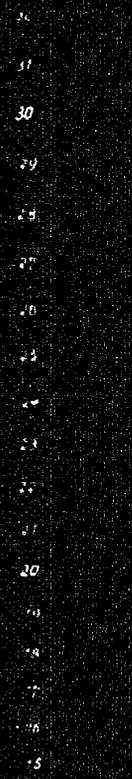
Nomogramm 4

H₂ im Mischgas CO₂ im Mischgas

H₂ im Kontaklgas



CO₂ im Kontaklgas



59 - 10 = 49
49 - 5 = 44
44 - 1 = 43

gramm 4



01162

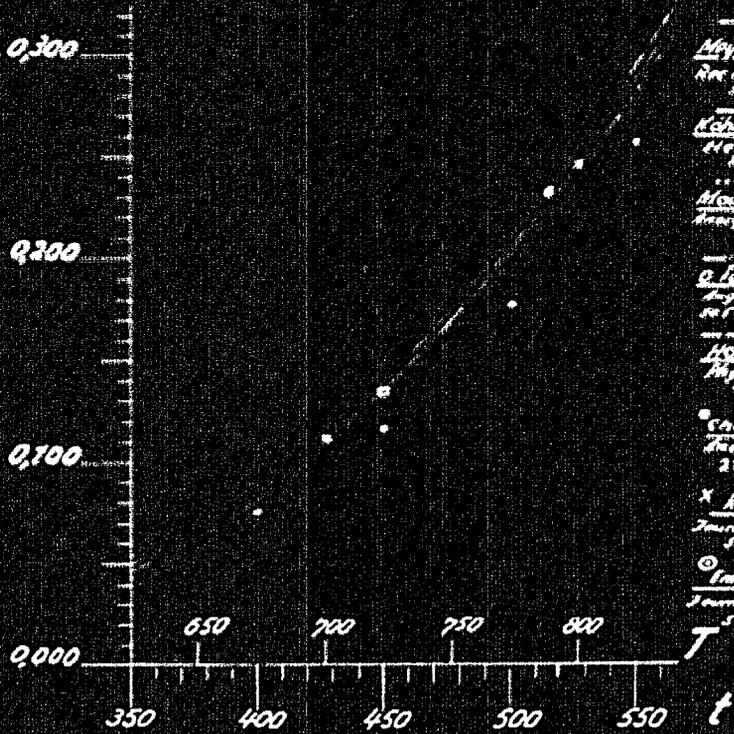
gramm 4

Monogramm 4

Wassergasgleichgewicht

$$K_p = \frac{[CO] \cdot [H_2O]}{[CO_2] \cdot [H_2]}$$

K_p



- Meyer u. G. Schiffer
Z. anorg. Chem. 1898, 11, 207
- Köhler u. Neumann
Z. anorg. Chem. 1901, 24, 112
- Meyer u. Schiffer
Z. anorg. Chem. 1901, 24, 112
- G. Müller u. P. P. P.
Z. anorg. Chem. 1901, 24, 112
- H. P. P.
Z. anorg. Chem. 1901, 24, 112
- Chadwick u. P. P.
Z. anorg. Chem. 1901, 24, 112
- X. Kassel
Z. anorg. Chem. 1901, 24, 112
- Emmel u. Schiffer
Z. anorg. Chem. 1901, 24, 112

Van Natta, dem 15 April 1907
S/v. S. Schi

01163

Wassergasgleichgewicht

$$K_p = \frac{[CO] \cdot [H_2O]}{[CO_2] \cdot [H_2]}$$

Mayer u. EEG Scheffer
Rec Trav Chim Pays B
57 604/08 (1938)

Köhler u. Neumann
Elektrochemie
34 278 (1928)

Mourer u. Bischoff
Anorg. Allg. Chemie
778 S. 377

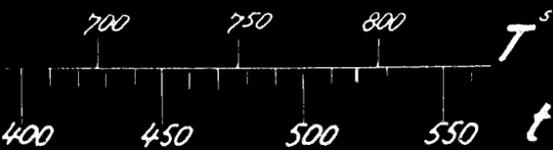
O. Fuchs u. K. Rinn
Angew. Chemie
50 (1937) 14 S. 208/12

Hahn
Phys. Chemie
42 S. 205

Chorkvatky u. Bokris
Anorg. Chemie
277 S. 277 (1934)

x Kassel
Journ. American Chem.
58 (1934) 7838

© Emmet u. Schultz
Journ. American Chem. Soc.
52 (1930) 7982/93



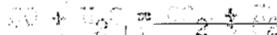
01163

HERRN DR. H. POLIZE
AMTIERSCHALLBOHRT

Stettin-Pölitz, den 7. Mai 1942
Dr. v. S.

Berechnung der theoretischen Dampfmenge in der Konvertierung mittels Konogrammen

In der Konvertierung spielt die Dampfmenge eine ausschlaggebende Rolle, und es ist daher erforderlich, die theoretische Dampfmenge nach Möglichkeit einfach und schnell berechnen zu können. Die Umsetzung erfolgt nach Wassergasgleichgewicht:



wobei das Gleichgewichtskonstante

$$K = \frac{[CO] \cdot [H_2O]}{[CO_2] \cdot [H_2]}$$

lediglich von der Temperatur abhängig ist.

Die nötige Dampfmenge setzt sich zusammen aus:

1. Reaktionsdampf
2. Gleichgewichtsdampf

a) Der Reaktionsdampf wird am einfachsten aus allgemein bekannten Formeln berechnet.

Volumenvergrößerungsfaktor für
Mischgas (Kontaktgas)

$$F = \frac{100 + b}{100 + b_0} \quad \text{oder}$$

$$F = \frac{100 - a'}{100 - a}$$

wobei mit

01164

$$\begin{aligned}
 b &= \text{CO} \quad \text{im Mischgas} \\
 b_1 &= \text{CO} \quad \text{im Kontaktgas} \\
 a_1 &= \text{CO}_2 \quad \text{im Kontaktgas} \\
 a &= \text{CO}_2 \quad \text{im Mischgas}
 \end{aligned}$$

bezieht sich auf:

Da die Schmelztemperatur des verbrauchten Sauerstoffes unterliegt, so ist dies für die weiteren verbrauchten Sauerstoffvolumen = $(7-1) \cdot 100$ und Reaktionsdruck = $(7-1) \cdot 100 \cdot \frac{18}{22,4}$ (norm auf 1 m^3 (735 mm 15°) Mischgas).

Der Reaktionsdruck des Reaktionsdampf berechnet man aus dem Sauerstoff 1, indem man 10 im Nennwert (Leiter **AKKS**) mit $100 \cdot 100$ (Leiter **AKKS**) dividiert und auf den mittleren Leiter $100 \cdot 100$ zuzüglich 100 (Leiter **AKKS**) bezieht (bezogen auf 1 m^3 Mischgas) berechnet.

1) Der Gleichgewichtsdampf wird aus dem Wasser-Gleichgewicht (Formel 1) berechnet:

$$f = \frac{K \cdot (\text{CO}_2) \cdot (H_2)}{(\text{CO})} \quad \text{oder}$$

$$\text{Gleichgewichtsdampf} = K \cdot \frac{(\text{CO}_2) \cdot (H_2) \cdot 18}{(\text{CO}) \cdot 22,4} \quad \text{gr auf } 1 \text{ m}^3 \text{ Kontaktgas}$$

H_2 , H_2O und CO_2 sind die Volumina im Kontaktgas. Der Gleichgewichtsdampf wird mittels Formel 2 ausgerechnet, wobei wir von links nach rechts gehen und zunächst aus H_2 -Leiter und CO -Leiter $H_2 \cdot \text{CO}_2$ finden, dann aus CO_2 , H_2 und CO -Leiter $H_2 \cdot \text{CO}_2$

ermitteln und aus $H_2 \cdot \text{CO}_2$ und CO -Leiter die Volumina der gr Kopf CO

/m³ Kontaktgas ablesen. Die Werte für K werden aus Diagramm 1 genommen, wo die K-Werte nach verschiedenen Autoren aufgetragen sind.

Da Gleichgewichtsdampf auf 1 m^3 Kontaktgas und Reaktionsdampf auf 1 m^3 Mischgas aus unseren Formeln berechnet sind, so müssen die beiden Werte entweder auf Kontakt- oder Mischgas umgerechnet werden. Dies geschieht mit Hilfe von Formel 3, die beide auf eine Art gebracht und dann einfach addiert werden.



steht die Kontaktsanalyse nicht zur Verfügung, sondern bloss die Isotrasanalyse und die Kontaktsanalyse, so berechnen wir zunächst aus 60 Isotrasanalyse und 70 Isotrasanalyse die Konzentrationen der Gase und dann aus Formel 4 die entsprechende Kontaktsanalyse, indem wir die Leiter für H_2 respektive O_2 mit dem entsprechenden Leiter verbinden. Auf der Leiter 1 finden wir dann H_2 und auf der Leiter 2 O_2 im Kontaktsanalyse.

Beispiel:

Mischung von der Zusammensetzung

21,5	H_2	2,4
7,0	O_2	1,0
69,1		

wird bei 200° auf 700° im Kontaktsanalyse konvertiert werden. Die Frage ist die obige theoretische Zusammensetzung

1) Die Konzentration der Leiter $\tau = 1,1$ und die entsprechende 133 gr Gleichgewichtsdampf für $1 m^3$ Mischgas ermittelt.

2) Die Konzentration $\tau = 1,16$
69,1 H_2 im Mischgas entspricht 70 H_2 im Kontaktsanalyse
7,0 O_2 " " " 1,2 O_2 " " "
die Kontaktsanalyse: $H_2: 3$, $O_2: 21,2$, $H_2O: 72$

3) Die Konzentration für die Temperatur 700° wird $K = 0,075$ (nach Maurer) berechnet.

4) Die Konzentration für die obige Kontaktsanalyse und $K = 0,075$ bestimmt man 229 gr Gleichgewichtsdampf (für $1 m^3$ Mischgas).

5) Die Konzentration $\tau = 1,16$ entspricht 229 gr Gleichgewichtsdampf im Kontaktsanalyse bei $\tau = 1,16$ entspricht 277 gr Gleichgewichtsdampf im Mischgas.

6) 133 gr auf $1 m^3$ Mischgas
Gleichgewichtsdampf = 339 gr auf $1 m^3$ Mischgas

Theoretische Zusammensetzung = 472 gr auf $1 m^3$ Mischgas



steht die Kontaktgasanalyse nicht zur Verfügung, sondern bloss die Mischgasanalyse und es im Kontaktgas, so berechnen wir zunächst aus 60 im Mischgas und 40 im Kontaktgas mit Diagramm 1 den Faktor und dann aus Diagramm 4 die entsprechende Kontaktgasanalyse, indem wir die Leiter für H_2 respektive CO_2 mit dem entsprechenden Faktor verbinden. Auf der Leiter 1 finden wir dann H_2 und auf der Leiter 2 CO_2 im Kontaktgas.

Beispiel:

Mischgas von der Zusammensetzung

H_2	21,5	H_2	2,4
CO_2	7,0	CH_4	1,0
N_2	68,1		

soll bei 400° auf $5\% CO$ im Kontaktgas konvertiert werden. Die Frage ist die nötige theoretische Dampfmenge

- 1) aus Diagramm 1 wird der Faktor $F = 1,11$ und der entsprechende 170 gr Gleichgewichtsdampf für $1 m^3$ Mischgas ermittelt.
- 2) aus Diagramm 4 bei $F = 1,11$
 $21,5 \cdot H_2$ im Mischgas entsprechend $75\% H_2$ im Kontaktgas
 $7,0 \cdot CO_2$ " " " $21,2\% CO_2$
 die Kontaktgasanalyse: $CO: 5\%$, $CO_2: 21,2\%$, $H_2: 73\%$
- 3) aus Diagramm 1 für die Temperatur 400° wird $K = 0,075$ (nach Maurer) abgelesen.
- 4) aus Diagramm 2 für die obige Kontaktgasanalyse und $K = 0,075$ benötigt man 289 gr Gleichgewichtsdampf (für $1 m^3$ Mischgas).
- 5) aus Diagramm 3
299 gr Gleichgewichtsdampf im Kontaktgas bei $F = 1,11$ entspricht
339 gr Gleichgewichtsdampf im Mischgas.
- 6) Dampfbedarf = 170 gr auf $1 m^3$ Mischgas
Gleichgewichtsdampf = 339 gr auf $1 m^3$ Mischgas
Theoretische Dampfmenge = 472 gr auf $1 m^3$ Mischgas

[Handwritten signature]



BAG No. 1

30/4.13

V. GASIFICATION

5. Misc. Reports

01168

HYDRIERWERKE POLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT
Dr. Kurt Wissel

Stettin-Pölitz, 1. 12. 1944
W/H.

Gehheim

Gruppenweise Zusammenfassung
hintereinander arbeitender Aggregate
zu unabhängigen Produktionssträngen.

Beim Bau unserer Werke - ich spreche da von den Hochdruck-Hydrierwerken - sind die Betriebssicherheit und die hohe Produktion bei sparsamstem Materialverbrauch die Leitschnur gewesen. Da die Verbräuche an Wasserstoff, Heizgas und Wasser sowie die Durchsätze an Olen sehr groß sind, sind Speichermöglichkeiten bei den größeren Werken für längere Zeiträume nicht möglich und die eingangs erwähnte Forderung nach möglicher Sicherung hat es nötig gemacht, daß die Betriebe besonders hinsichtlich der Energie-, Dampf- und Wasserversorgung durch Ringleitungen und mehrfache Einspeisung gesichert worden sind. Daher sind in einem Hydrierwerk die Straßen - damit meine ich das Gelände von Gebäudeflucht bis zur gegenüber liegenden Gebäudeflucht - von Starkstrom- und Schwachstromkabeln, Gebrauchs- und Trinkwassernetzen, Abwasserkanälen, verölten Schmutzwasser- und Fäkalwasserleitungen sowie von Rohrbrücken sehr weitgehend ausgefüllt. Infolge ihrer großen Ausdehnung bieten diese Teile eine so große Angriffsfläche und erleiden so starke Beschädigungen.

Die Auswirkungen der Fliegerangriffe haben dann auch gezeigt, daß der Termin der Wiederinbetriebnahme vor allem durch die umfangreichen Reparaturarbeiten der Kabel-, Wasser- und Abwassernetze bestimmt wird, während die maschinellen Teile wenigstens zu einem bestimmten Prozentsatz allgemein schneller betriebsbereit sind. Die Reparaturen gestalten sich weiterhin so zeitraubend, da zunächst umfangreiche Erdarbeiten geleistet werden müssen und bei den Kabeln gleich Stränge von 10 und mehr durchschlagen sind und bei den Rohrleitungen und Kanälen die großen Dimensionen so viel Zeit erfordern. Sobald die Leitungs- und Kabelnetze wiederhergestellt sind, wäre in den meisten Fällen kurzfristig eine relativ hohe Produktion, sagen wir 50 % möglich, die dann vielfach noch nicht erreicht wird,

44/664-1

-2-

01169

weil nun die Betriebe zu dem gleichhohen Prozentsatz noch nicht fertig sind. Für die reine Hydrieranlage kommt erschwerend hinzu, daß alle Betriebsteile zu einem gleichen Prozentsatz fertig sein müssen, weil die ganze Anlage einen zusammenhängenden Betriebsgang darstellt. Daraus ist die Folgerung zu ziehen, daß versucht werden muß, den zusammenhängenden Gesamtbetrieb in mehrere selbständige Einzelbetriebe aufzuteilen.

Dabei ist zu unterscheiden

1. zwischen den Betrieben, die keinen Wasserstoff benötigen und
2. den Betrieben, die Wasserstoff gebrauchen.

Für die erste Gruppe der Betriebe haben wir in Pölitz diesen Weg bereits beschritten, und zwar für die

DHD-Anlage,
Krackanlage,
Destillation und
AT-Anlage.

Zu dem Zweck werden unabhängige kleine Versorgungsleitungen (200er bis 300er Rohrleitungen) vom Wasserwerk direkt in diese Betriebe geführt. Die kleinen Leitungen, die nur eine Erdüberdeckung von etwa 20 cm erhalten, bieten den Vorteil, daß sie bei Beschädigung in wenigen Tagen wieder repariert sind. In analoger Weise wird bezüglich der Kabel vorgegangen, und hier bringt die Verlegung von 6 kV-Freileitungen zu den einzelnen Unterstationen eine weitere Zeiteinsparung gegenüber der Verlegung von Kabeln. Das benötigte Heizgas soll durch provisorische Erstellung einiger Generatoren neben den Vorheizern gleichfalls an Ort und Stelle erzeugt werden, um das weitverzweigte Heizgasnetz zu vermeiden. Für die Betriebe, wie die DHD-Anlage und die Krackanlage, die selbst Überschussgas erzeugen, wird die Möglichkeit geschaffen, dieses Gas nach Verdünnung in den eigenen Vorheizern zu verbrennen.

Zu 2.

Aber auch in den Betrieben, die Wasserstoff benötigen, läßt sich in den größeren Werken eine Aufteilung durchführen, die mit Rücksicht auf die bisherigen Erfahrungen sehr notwendig erscheint. In unserem Werk z.B. sind in allen Betrieben mit mehreren Einheiten,

44/664-2



d
ers
44/66

ob das die Konvertierung ist oder die Kompression, die CO₂-Wäsche oder die CO-Reinigung, beim ursprünglichen Bau Gruppen geschaffen worden zu 2 oder 4 oder 6 Einheiten, die für Reparaturzwecke für sich herausgenommen werden können. Was also zu geschehen hat, ist die getrennte Verlegung von Wasserzuleitungen, Dampf- und Stromzuführungen. Außerdem müssen die in Gruppen aufgestellten Apparate, z.B. die Schalter- und Ringkabelfelder dezentralisiert werden in der Weise, daß an jeder Maschine der zugehörige Schalter unmittelbar steht. Dadurch ist es möglich, ein Werk wie Pölitz praktisch in 3 bis 4 Einzelwerke aufzuteilen. Wenn diese Arbeiten bisher noch nicht in Angriff genommen sind, so liegt das daran, daß der nächste Fliegerangriff erfolgte, sobald die notwendigsten Reparaturen für das 1. Wiederanfahren fertiggestellt waren. Außerdem wäre für diese Arbeiten Bauvolumen und Eisen, in Sonderheit Rohrleitungen und Armaturen, zusätzlich zu dem Wiederaufbausektor zur Verfügung zu stellen. Wir schätzen, daß der Umfang dieser Arbeiten 1-2 % des Anlagekapitals

01171

HYDRIERWERKE POLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT
Dr. Kurt Wissel

Stettin-Pölitz, 1. 12. 1944
W/H.

Geheim

Stabilisierung der Abstreiferprodukte unter Druck
unter Fortfall der Zwischenentspannung
und Reichgaskompression.

Nach dem letzten Angriff war der technische Zustand unserer Fabrikationsbetriebe folgender:

Die Wasserstofferzeugung einschl. Wäsche und Kompressoren hatte schwere Schäden erlitten, jedoch war eine teilweise Inbetriebnahme dieser Anlagen in absehbarer Zeit möglich. Auch die Hochdruckbetriebe waren beschädigt, wobei die Schäden aber wenigstens bei einigen Kammern kurzfristig behoben werden konnten. Dagegen war die Nachverarbeitung des Hochdruckbetriebes in außerordentlichem Maße zerstört. Die Destillation und die zugehörigen Zwischentanklager, sowie Benzinwäsche, Stabilisation und Reichgaskompression befanden sich in einem solchen Zustand, daß mit einer kurzfristigen Reparaturzeit nicht zu rechnen war. Im gesamten Zwischentanklager für Gasphase- und Abstreiferprodukte waren von 39 Tanks nur noch 3 vollkommen in Ordnung und einer teilweise brauchbar. Von den vorhandenen 8 Destillationen waren 2 nach einer Reparaturzeit von 1 Monat wieder betriebsbereit herzustellen, während 4 6 Monate und die beiden restlichen ein 3/4 Jahr durch Reparatur ausfielen. Das Reichgassystem war für 2 Monate außer Betrieb und die Flüssiggasverarbeitung wäre frühestens nach 2 Monaten zu etwa 30 % und nach 5 Monaten zu 60 % möglich gewesen, wenn die Wiederherstellung der Hygaskompressoren zum gleichen Zeitpunkt erfolgen könnte.

Aus dieser Darstellung, vor allem der in der Nachverarbeitung der Hydrierung katastrophalen Lage, ergab sich, daß mit einer Wiederinbetriebnahme unserer Fabrikationsbetriebe mit einer einigermaßen tragbaren Produktionskapazität nach der bisher üblichen Arbeitsweise erst in einigen Monaten zu rechnen war. Wir haben dann einen Ausweg gesucht und durch Improvisationen einen Weg gefunden, der die Wiederinbetriebnahme nach einem Zeitraum von etwa 3 Wochen als möglich erscheinen ließ. Wir entschlossen uns zu einer völlig neuen Arbeits-

44/666-1

-2-

01172

- 2! -

weise, indem wir für die Gasphase und die DHD-Anlage teilweise aus anderen weniger betroffenen Betrieben Drucktanks und Dampfdestillationen heranzogen, z.B. die Behälter aus dem Treibgaslager und die Druckstabilisationen aus der T 52-Anlage.

Vor der Darstellung der neuen Arbeitsweise sei kurz auf die alte Arbeitsweise an Hand der Schemazeichnung eingegangen.

Es wurden bisher die Abstreifer der Vorhydrierungs- und Benzinierungskammern über die sogenannten Ameiseneier in die Entwässerungstanks entspannt und das Benzin in der Destillationsanlage herausgeschnitten. Während dieses Benzin nach der Natronlauge- und Wasser-Wäsche zusammen mit den C₅- und höheren Kohlenwasserstoffen aus der Reichgaslagerung stabilisiert wurde und die dabei anfallenden Propan- und Butan-Kohlenwasserstoffe zum Treibgas gingen, wurden die Reichgase der Sumpf- und Gasphase gemeinsam in einem besonderen Arbeitsgang erfaßt und wie aus dem folgenden Schema ersichtlich, verarbeitet.

44/666.2

-3-

01173

Das Reichsgas wird auf 5 atü und nach einer Alkaidwäsche bei diesem Druck in der 2. Stufe auf 25 atü komprimiert und das dabei anfallende Kondensat zusammen mit dem Kondensat der 1. Stufe in eine Druckdestillation bei 25 Atm. gebracht. Nach dem Austreiben des Methans und Athans wird das Sumpfprodukt mit Natronlauge und Wasser gewaschen und in einer 2. Kolonne bei 18 Atm. in Treibgas ($C_3 + C_4$) und C_5 - und höhere Kohlenwasserstoffe getrennt.

Bei der neuen Arbeitsweise werden die Abstreifer nicht mehr auf Atmosphären-Druck entspannt, sondern direkt von den 25 atü-Entspannungsflaschen unter Ausnutzung des Drucks in Druckbehälter mit einem Fassungsvermögen von 150 cbm, die bisher als Treibgasbehälter verwendet wurden, gebracht. In diesen Treibgastanks wird die Trennung von Wasser und Produkt vorgenommen, das Ammoniumsulfid-Ammoniakwasser mit Behälterdruck (14-18) atü entfernt und das wasserfreie Produkt mit eigenem Druck in Druckkolonnen (Butantrennanlage der T 52-Fabrikation) stabilisiert und ohne Zwischenbehälter in die dampfbeheizte Destillation der DHD II-Anlage gedrückt. Von dort wird das Benzin ohne Zwischenbehälter über die Natronlaugewäsche, Wasserwäsche und Nachstabilisation als Fertigprodukt abgezogen. Die nachträgliche Natronlaugewäsche, Wasserwäsche und Stabilisation der aus

44/666.3

den Abstreifern nach der Abstreiferstabilisation und Trennung in den Redestillationen erhaltenen Benzine mußte vorgenommen werden, da mit den uns zur Verfügung stehenden Anlagen eine vollkommene Stabilisation der Gasphase-Abstreifer bei hohen Durchsätzen nicht erzielt werden konnte.

Der aus der DHD-Kammer erhaltene Abstreifer dagegen gestattet, dieses Verfahren in vorhandenen gleichartigen Apparaturen infolge des hohen Benzingehaltes im Abstreifer unter besseren Voraussetzungen anzuwenden. Für die in der Druckdestillation erhaltenen Produkte ist hier eine Waschung und Nachstabilisation des erhaltenen DHD-Benzins nicht mehr erforderlich.

Auf eines sei hingewiesen:

Falls vorhandene Apparaturen zur Stabilisation der Gasphaseprodukte Verwendung finden, ist in jedem Fall zu empfehlen, diese Apparaturen durch Spülen mit Säure zunächst eisenoxydfrei zu machen, weil sonst durch den in den Abstreifern vorhandenen Schwefelwasserstoff Eisen-sulfid, welches zu allerlei Schwierigkeiten führen kann, gebildet wird.

Bei einem Vergleich der alten und der neuen Arbeitsweise darf natürlich nicht verkannt werden, daß die alte Arbeitsweise mit den umfangreichen Fabrikationsanlagen und großen Tankräumen eine größere Elastizität in der Produktion und eine bessere Beeinflussungsmöglichkeit der max. Ausbeute gerade mit Rücksicht auf die große Zahl der in Pölitze zur Verarbeitung stehenden Rohprodukte bot. Bei der neuen Arbeitsweise ist durch das Hintereinanderstellen der Apparaturen ohne Zwischentanks eine Stapelmöglichkeit während des Betriebes kaum gegeben, und es ist daher damit zu rechnen, daß bei Betriebsstörungen die ganze Anlage des Öfteren abgestellt werden muß. Da bei der neuen Arbeitsweise die Fertigprodukte schon durchschnittlich nach 5 - 6 Stunden anfallen, muß zur Gewinnung einwandfreier Produkte eine noch schärfere analytische Überwachung des Betriebes erfolgen, da ein Aufmischen der Anfallprodukte zur Ersie-lung einwandfreier Test nur schwierig möglich ist. Natürlich wird in den in den Abstreifer-Stabilisationen anfallenden Flüssiggas

und im Restgas vom Druckabstreifer der gesamte Schwefelwasserstoff des Abstreiferproduktes erscheinen. Es muß also das Flüssiggas, wenn es zur Ablieferung kommen soll, vorher gewaschen werden. Dadurch wird bei der Flüssiggaswäsche mehr Natronlauge gebraucht als beim normalen Arbeitsgang. Es sind bereits Versuche gemacht, die Wäsche des Flüssiggases mit Alkazid durchzuführen. Bei einem Treibgas mit 20 g H_2S /l Treibgas flüssig wurde durch Waschen mit Alkazidlauge folgender Effekt erzielt:

1 Vol. Alkazidlauge	:	1 Vol. Treibgas	99 % des H_2S	ausgewaschen
1 " " "	:	3 " " "	98 % " "	" "

Demgegenüber hat die neue Arbeitsweise den Vorteil, daß sie einen erheblich kleineren Aufwand an Treibgas-Destillationen, Pumpen, Tanks, Gasometern und Gasleitungen mit geringerem Rohrdurchmesser bedingt. In der Gasphase- und in der DHD-Anlage kommt außerdem die Reichgasverarbeitung in Fortfall. Schon allein durch die räumliche Beschränkung und der dadurch verringerten Ölmenge in dem Arbeitsprozeß, ebenso wie durch die unterirdische Lagerung der als Zwischentanks verwendeten Treibgasbehälter ist eine Erhöhung der Sicherheit gegen Fliegerangriffe erreicht. Für unterirdische Verlagerungen ist diese Arbeitsweise gleichfalls mit Rücksicht auf den wesentlich geringeren Platzbedarf besonders geeignet. Das Verfahren hat in Pölitz in kurzer Zeit eine relativ hohe Produktion von testgerechtem VT- und DHD-Benzin ermöglicht. Bei der direkten Stabilisation werden 70 - 85 % des vorhandenen Flüssiggases sofort flüssig erhalten. Das unter Druck anfallende Restgas gibt infolge des Fehlens von C_5 - und höheren Kohlenwasserstoffen durch Herausnahme des Hauptanteils des darin enthaltenen Propans und Butans keine Kondensation in den Leitungen. Der Gehalt dieses Restgases an freiem Ammoniak ist durch Abscheidung des Abstreiferwassers unter Druck außerordentlich klein, so daß eine Wäsche zur restlichen Entfernung des Ammoniaks sich erübrigt. Der Einsatz von Dampfdestillationen in der Gasphase anstatt gasbeheizter Destillationen hat die Fahrweise wesentlich erleichtert, da die Anlaufzeit einer Dampfdestillation mit 2 Stunden gegenüber einer gasbeheizten Destillation

44/666.5

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT
Dr. Kurt Wissel

Stettin-Pölitz, 1. 12. 1944
W/H.

Geheim

Behelfsmäßiger Einsatz stillliegender Apparaturen
für die Treibstoffherzeugung

Nach Fliegerangriffen hat sich bisher in unserem Werk immer wieder gezeigt, daß eine ganze Reihe von Apparaturen praktisch unbeschädigt sind, daß sie aber nicht betrieben werden können, da entweder die davor oder dahinter liegenden Betriebe nicht betriebsbereit sind. Es sind z.B. von den in Pölitz vorhandenen 10 betriebsfähigen Schwelöfen erst beim letzten Angriff 2 mittelschwer beschädigt worden, während die überwiegende Zahl mit kurzen Unterbrechungen seit einem halben Jahr stillliegt. In analoger Weise sind unsere 700 at-Hochdruckkammern selbst nur wenig beschädigt, aber es fehlt an Wasserstoff oder Destillationskapazität oder der Kohleaufbereitung, so daß sie nicht alle betrieben werden können. Wir haben uns daher überlegt, auf welchem einfachen Weg es in provisorischer Form möglich ist, solche stillliegenden Apparaturen für die Treibstoffherzeugung einzusetzen, wenn als Rohstoff Erdölrückstand oder Teer zur Verfügung stehen.

Die Erdölindustrie verwendet zur Treibstoffgewinnung Krackverfahren, die Wasserstoff nicht benötigen. Erdölprodukte werden unter Druck in der Flüssigphase oder drucklos in der Gasphase gespalten. Über die Krackung von Teeren liegen dagegen keine nennenswerten Erfahrungen vor.

Kracken unter Druck

Zum Kracken unter Druck ist neben Abscheidern, Kühlern, Wärmeaustauschern und Fraktionskolonnen hauptsächlich ein Röhrenofen zur Aufheizung erforderlich. Das Rohrmaterial muß bei einem Druck von 70 at Temperaturen bis zu 500°C zulassen. Röhrenerhitzer mit äußerst guter Wärmeübertragung, da die Verbrennungsgase umgewälzt werden, stehen in den Vorheizern der Hochdruckkammern zur Verfügung. Eine Kohlekammer, die für längere Zeit nicht eingesetzt werden kann, wird daher versuchsweise für das Kracken unter Druck umgebaut.

44/663.1

-2-

01177

Hierbei wird wie folgt verfahren:

Der Vorheizer erhält in der kalten und mittleren Gasse die 7 Haarnadeln von 90 mm ϕ und im heißen Teil 10 Haarnadeln von 45 mm ϕ . Ferner werden 2 Hochdrucköfen eingesetzt, die als Reaktionsgefäße dienen und während des Betriebes umschaltbar sind. Den Reaktionsgefäßen ist als Heißabscheider ein 25 m³ Behälter nachgeschaltet, der Temperaturen von 400° C zuläßt. Im übrigen sind die Regeneratoren, Kühler und Abstreiferflasche, die normalerweise in der Hochdruckkammer vorhanden sind, sämtlich verwandt. An die Krackkammer wird eine Destillation für das Abstreiferprodukt angeschlossen, um unabhängig von einer räumlich entfernt liegenden Destillation zu sein. Zu diesem Zweck wird ein mit Raschigringen gefüllter Hochdruckofen als Destillationskolonne eingesetzt, in der Benzin und Mittelöl als Kopfprodukt und das in die Krackung zu führende Schweröl als Sumpfprodukt abgezogen wird. Dieses Schweröl wird durch Breipressen auf etwa 50 at gedrückt, in 2 Regeneratoren vorgewärmt und tritt mit etwa 400° C in den mittleren und anschließend an den heißen Teil des Vorheizers. Es verläßt den Vorheizer mit 500° und tritt in einen der beiden Reaktionsöfen ein und von dort nach Entspannung auf 7 at in den Heißabscheider. Es ist darauf zu achten, daß nur Destillate durch die Krackzone des Vorheizers geschickt werden, um eine Verkokung der Vorheizerrohre zu vermeiden. Es ist vorgesehen, daß stündlich 14 to Rückführung und 7 to Frischprodukt gefahren werden. Bei der Bildung von 20 % Benzin und Mittelöl bei einmaligem Durchgang durch die Krackapparatur entspricht das einer Neubildung von 4 to/h oder 3000 to Benzin und Dieselöl pro Monat. Der Umbau der Kammer ist weitgehend beendet, so daß der Versuch in Bälde durchgeführt werden kann.

Kracken bei atmosphärischem Druck

Für druckloses Kracken werden Temperaturen von 500 - 600° und nur kurze Reaktionszeiten benötigt. In den Kugelöfen der Rückstandsaufarbeitung stehen Apparate zur Verfügung, die solche Temperaturbeanspruchung zulassen. In ihrer jetzigen Ausführung sind sie durch die Hochdruckversuche der I.G. in Ludwigshafen entwickelt und gestatten, die Kohlenwasserstoffdämpfe schnell aus der hohen Temperaturzone abzuführen. Einer der vorhandenen Kugelöfen wurde für Krackversuche umgebaut, derart, daß die bei den Reaktionstemperaturen gasförmigen Produkte gezwungen werden, den Ofen zu durchströmen. Das beigelegte

Schema zeigt den normalen und den zum Kracken abgeänderten Schwelofen. Bei letzterem ist der Wascherkopf entfernt und am Schneckengehäuse befindet sich gegenüber dem Austragskasten für Koks der Abzug für die gasförmigen Krackprodukte, die über einen Teerfänger zur Kondensation geführt werden. Mit diesem Ofen wurde nach einem Umbau von ca. 10 Tagen am 2. November der erste Krackversuch ausgeführt. Folgende Arbeitsweise wurde angewandt:

Erölrückstand, von dem 20 % unter 350°C sieden, wird dem Vorheiz-er zugepumpt und dort bei einem Druck von 4 - 8 at auf 300 - 350°C aufgeheizt. Unter Zusatz von Dampf wird das aufgeheizte Öl in den Kugelofen entspannt. Der Ofen ist mit Mahlkörpern gefüllt und rotiert. Er wird mit einer Gasheizung, bei der die Heizgase umgewälzt werden, bei Wandtemperatur von 550°C gehalten. Das eingebrachte Öl durchströmt den Ofen, wobei durch Kontakte, die mit dem Rohprodukt eingebracht werden, die Umsetzung beeinflusst werden kann. Die Reaktionsprodukte verlassen den Ofen gasförmig am Austragsende der Schnecke. Sie gelangen in einen Teerabscheider, in dem sich mitgerissener Koksstaub und Teer abscheiden, die durch eine Schleuse aus dem Teerabscheider abgelassen werden. Vom Teerabscheider strömen die gasförmigen Produkte zur Vorkühlerkolonne. Durch Berieselung mit anfallendem Vorkühleröl werden hier die hochsiedenden Kohlenwasserstoffe niedergeschlagen. Das erhaltene Vorkühleröl ähnelt im Siedeverhalten dem eingesetzten Rohprodukt. Die gasförmigen Produkte aus der Vorkühlerkolonne treten in den Nachkühler und werden hier mit gekühltem im Nachkühler anfallendem Öl berieselt. Das erhaltene Nachkühleröl enthält 30 % Benzin und 80 % unter 350°C siedende Anteile, wovon der Überschuss als Produktion die Anlage verläßt. Die Restgase werden über eine Vorlage, in der weiteres Benzin anfällt, das dem Nachkühleröl zuläuft, mittels eines Gebläses ins Freie gedrückt. Durch die Mahlkörper wird der während der Krackung in der Trommel entstehende Koks zerkleinert. Der Koks wird von den Schaufeln in den Schneckenaustrag geworfen und ausgebracht. Bei einem Durchsatz von 2 m³ Rohölrückstand/h wurde in 24 Stunden folgende Tagesbilanz erhalten:

44/663.3

01179

DRIEN
TIEN
Dr.

Das
in
se

Eingebracht: Rohöl	100 Gew. %
Benzin bis 200°C	13,4 Gew. %
Gasöl 200 - 350°C	31,1 "
Produkte über 350°C	45,8 "
Koks	1,9 "
Restgas	5,5 "
Teer und Verlust	2,3 "

Es wird geschätzt, daß bei Rückführung der über 350° siedenden Produkte und deren Krackung auf Koks folgende Ausbeuten erreicht werden:

- 70 % Benzin und Gasöl
- 7-8 % Koks
- 20 % Restgas
- 2 % Teer und Verlust

Die Produktion an Benzin und Gasöl wird 500 moto pro Kugelöfen betragen, d.h. eine Jahresproduktion von 6.000 to.

Somit ist eine Arbeitsweise gegeben, die ein kontinuierliches Kracken auf Koks gestattet, der während des Prozesses glatt ausgetragen wird. Da Teere infolge ihres geringen Wasserstoffgehaltes auf Koks gekrakt werden müssen, wird erwartet, daß auch diese in der oben beschriebenen Apparatur gespalten werden können. Ein Versuch mit Schwelteer ist für die nächste Zeit vorgesehen.

NS.: Die oben mitgeteilten Versuche stellen naturgemäß erst den Anfang dar. Inzwischen läuft der Kugelofen z.B. mit einem Durchsatz von $3 \text{ m}^3/\text{h}$. Die Belastungsgrenzen hinsichtlich Durchsatz und Temperatur werden im weiteren Verlauf der Versuche ermittelt werden.

44/663.4.

01180

Stettin-Pölitz, 1. 12. 1944

Geheim

Erfahrungen mit unentschwefeltem Heizgas

Das Heizgas wird bei uns aus oberschlesischer Steinkohle (0,5-1 % S) in Drehrostgeneratoren mit Schwelaufsatz gewonnen. Seine Zusammensetzung ist etwa:

CO₂ = 6 %
CO = 26 %
H₂ = 17 %
N₂ = 45 %
KW = 4 %
Hu = 1550-1650 WE/nm³

Der Gehalt an Schwefelwasserstoff beträgt 1-2 g/nm²; der Gehalt an org. Schwefel ca. 200-300 mg/nm³. Bei der Planung des Werkes war bereits die Frage erörtert worden, ob es zweckmäßig sei, das Heizgas zu entschwefeln, um Korrosionen an den Brennern usw. zu vermeiden. Da die Entschwefelung jedoch anlagemäßig die betriebskostenmäßig ziemlich teuer wurde, wurde davon abgesehen in der Überzeugung, auftretende Schwierigkeiten durch geeignete Maßnahmen überwinden zu können. Die Erfahrung der letzten 4 Jahre hat die Richtigkeit dieser Annahme bestätigt. Im folgenden soll kurz berichtet werden, an welchen Stellen gewisse Schwierigkeiten durch den Schwefelgehalt des Heizgases aufgetreten sind und in welcher Weise sie beseitigt werden konnten.

In unserer Hygas-Spaltanlage sollte das Heizgas auf etwa 450° vorgewärmt werden, um die angestrebte theoretische Verbrennungstemperatur von 1750° in den Brennern zu erreichen, was bei dem verhältnismäßig niedrigen Heizwert ohne Vorwärmung von Luft und Heizgas nicht möglich gewesen wäre. Die Vorwärmung erfolgt in einem Wärmeaustauscher, der so dimensioniert ist, daß das Heizgas nicht nur bis 450° sondern bis etwa 500° aufgeheizt wird. Der Wärmeaustauscher selbst besteht aus Sichromal, die anschließenden Leitungen bis zu den Brennern aus gewöhnlichem Eisen. Es zeigte sich, daß die Leitungen (Schmiedeeisen) und die vor den Brennern sitzenden Regulierringe (Gußeisen) außerordentlich stark und schnell (2 Monate) korrodiert wurden, wobei sich gleichzeitig dicke Krusten an den Wänden bildeten. Diese bestanden

44/665. 1

01181

im wesentlichen aus Schwefeleisen, d.h. die Korrosion ist in erster Linie auf den im Heizgas vorhandenen Schwefelwasserstoff zurückzuführen. Begünstigt wird sie möglicherweise insbesondere nach Ansicht der Firmen Bamag und Krupp durch die im Heizgas vorhandenen geringen Mengen an Wasserdampf.

Da ein Ersatz der schmiedeeisernen Leitungen und gußeisernen Schieber durch hochlegiertes schwefelfestes Material wegen der Lieferungs-schwierigkeiten und Mangellage nicht in Frage kam, wurde zur Behebung der Korrosion die Vorheizung des Heizgases nur noch bis 350° vorgenommen (praktisch wurde dies dadurch erzielt, daß eine entsprechende Menge kaltes Heizgas dem heißen Gas hinter dem Wärmeaustauscher durch einen Umgang zugegeben wurde). Bei dieser Temperatur ist der Schwefelangriff zwar noch nicht gänzlich behoben, ist jedoch so gering, daß es genügt, etwa alle $1/2$ bis $3/4$ Jahre die gußeisernen Schieber auszubauen, zu säubern und gangbar zu machen. Ebenso werden bei dieser Gelegenheit die in den Rohrleitungen gebildeten Schwefeleisenkrusten entfernt.

An allen übrigen Stellen des Werkes wird das Heizgas ohne Vorwärmung benutzt, wobei sich naturgemäß keine Schwierigkeiten durch den Schwefelwasserstoffgehalt ergeben haben.

Hingegen traten eine ganze Reihe Schwierigkeiten auf, die mit dem bei der Verbrennung des Heizgases im Rauchgas aus dem Schwefelwasserstoff gebildeten SO_2 und SO_3 zusammenhängen.

Bei den Dehydrieröfen unserer T 52-Anlage war die Vorwärmung der Verbrennungsluft durch die abgehenden Rauchgase in Wärmeaustauschern aus normalem Eisen vorgesehen. Dabei kühlten sich die Rauchgase auf etwa $200-250^{\circ}$ ab. Schon nach ca. 6 Monaten hatten sich bei dieser Temperatur große Mengen von saurem Eisensulfat zwischen den Rohren der Wärmeaustauscherbündel abgeschieden, so daß diese völlig verstopft waren. Das saure Eisensulfat hatte weiterhin die Rohre zu einem großen Teil zerfressen. Ähnliche Erfahrungen wurden an unseren gasbeheizten Destillationsöfen sowie an den gasbeheizten Öfen an anderer Stelle gemacht. In beiden Fällen trat Korrosion an den eisernen Rauchgaskaminen auf, wenn die Wandtemperatur unter etwa 275°

44/665-2

sank. Nachdem dies erkannt war, wird die Temperatur entsprechend hochgehalten. Seitdem sind Korrosionen an den Kaminen nicht mehr aufgetreten. Bei der T 52-Anlage wurde das Problem ebenfalls dadurch gelöst, daß der Wärmeaustauscher so bemessen wurde, daß das Rauchgas mit etwas über 310° abgeht und die Wandtemperatur nicht unter 275° lag. Um trotz der Anfangstemperatur des Rauchgases von etwa 580° mit normalem Eisen aus Baustoff auszukommen, wurde dabei der Kunstgriff gewählt, dem normalen Gegenstromvorwärmer einen kleinen Gleichstromvorwärmer vorzuschalten. Während einer Betriebsperiode von etwa 10 Monaten wurden keine Ablagerungen und keine Korrosionen festgestellt.

Die Abkühlung der Rauchgase unter 300° läßt sich jedoch nicht immer vermeiden, so z.B. bei der Entnahme von Rauchgasproben für automatische Analysengeräte, z.B. Ados-Schreiber. Hier setzte sich in den Zuleitungsrohrchen laufend Eisensulfat ab und führte zu dauernden Verstopfungen. Dieser Überstand konnte praktisch behoben werden durch Einschalten eines kleinen Aktivkohlefilters unmittelbar an der heißen Abnahmestelle. Ähnlich liegt der Fall bei der Herstellung von Inertgas durch neutrales Verbrennen von Heizgas und nachträgliches Auswaschen der gebildeten Kohlensäure. Hier treten bei der hinter dem Ofen erfolgenden Abkühlung zwar keine Ausscheidungen auf, da der in den Verbrennungsgasen enthaltene Wasserdampf kondensiert. Dafür ist das Kondensat durch SO_2 und SO_3 und in diesem Falle außerdem durch Stickoxyd sauer und gibt zu Korrosionen in den entsprechenden Anlageteilen insbesondere den Kompressoren Anlaß. Zur Behebung wurde hier die Entschwefelung des Heizgases mittels F-Kohle (H_2S -Entfernung) und anschließend M-Kohle (Entfernung des org. Schwefels) gewählt, während die gebildeten Stickoxyde mittels Aktivkohle aus den Verbrennungsgasen entfernt werden.

Kurz zusammengefaßt sind die Erfahrungen mit unentschwefeltem Heizgas daher folgende:

1. Das Heizgas kann nur bis etwa 350° vorgewärmt werden, wenn gewöhnliches Eisen als Apparatematerial verwendet werden soll. Bei höheren Temperaturen treten starke Korrosionen durch Schwefeleisenbildung auf.

44/665.3

0118C

2. Die Rauchgase dürfen nur so weit abgekühlt werden, daß die Wandtemperatur 275° nicht unterschreitet, andernfalls tritt Abscheidung von saurem Eisensulfat und entsprechend starke Korrosion auf. Die Temperatur von 275° ist dabei nur ein Anhaltswert, der mit dem Schwefelgehalt und dem bei der Verbrennung angewendeten Sauerstoffüberschuß schwankt.

3. Wo sich, wie bei der Herstellung von Inertgas aus Heizgas, die Abkühlung der Verbrennungsgase unter 300° nicht vermeiden läßt, ist eine entschwefelung des Heizgases angebracht.

44/665. 4.

BAG No. 1

30/4.13

V GASIFICATION

6. Flow Diagrams

01185

Zugehörige Zeichnungen	Zchg. Nr.

Achtung!

Die Zahlen beziehen sich auf
die Angaben der Tabellen vom
9. 8. und 16. 8. 38 sowie der v
21. 8. 38 mit den Änderungen von
5. 10. 1938.

- Zahlen offen : Ar+E vom 9. 8. und 1
Zahlen (): Aa+E vom 21. 8. 38
Zahlen []: max. Fall vom 21. 8. 3



01187

f
n
m
m

Wassergas-Generatorenanlage
Bau 129.

3650 Nm³
(15100 Nm³) ✓
[25000 Nm³] ✓

Nullwassergasbehälter
V = 20000 m³
Bau 115.

6. 8. 38

II.
8. III.

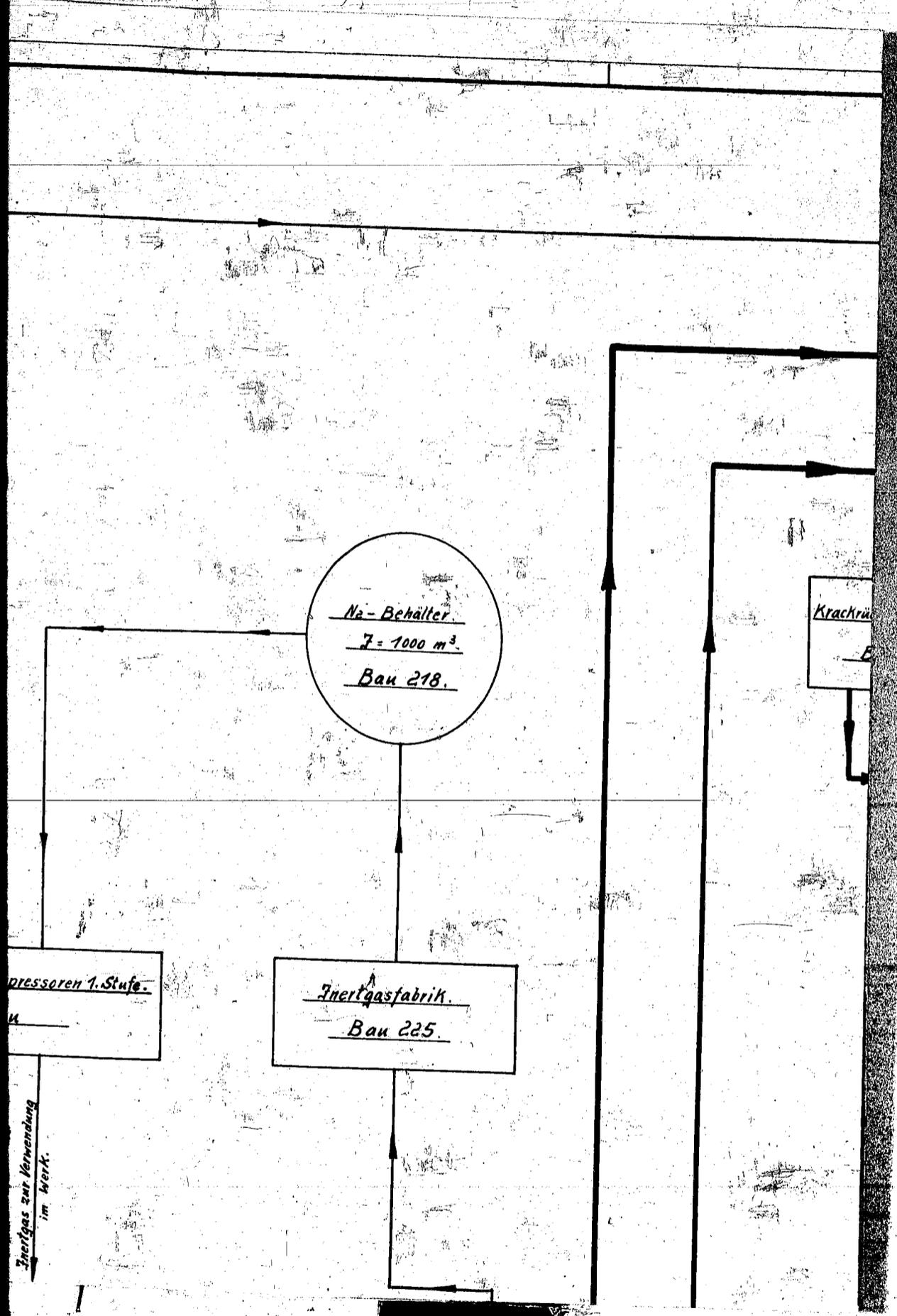
Desintegratoren für Wassergas.
Bau 112.

Gebläse für Wassergas.
Bau 112.

Kompressoren 1. Stufe.
Bau

Energas zur Verwendung
im Werk.

8118



pressoren 1. Stufe.

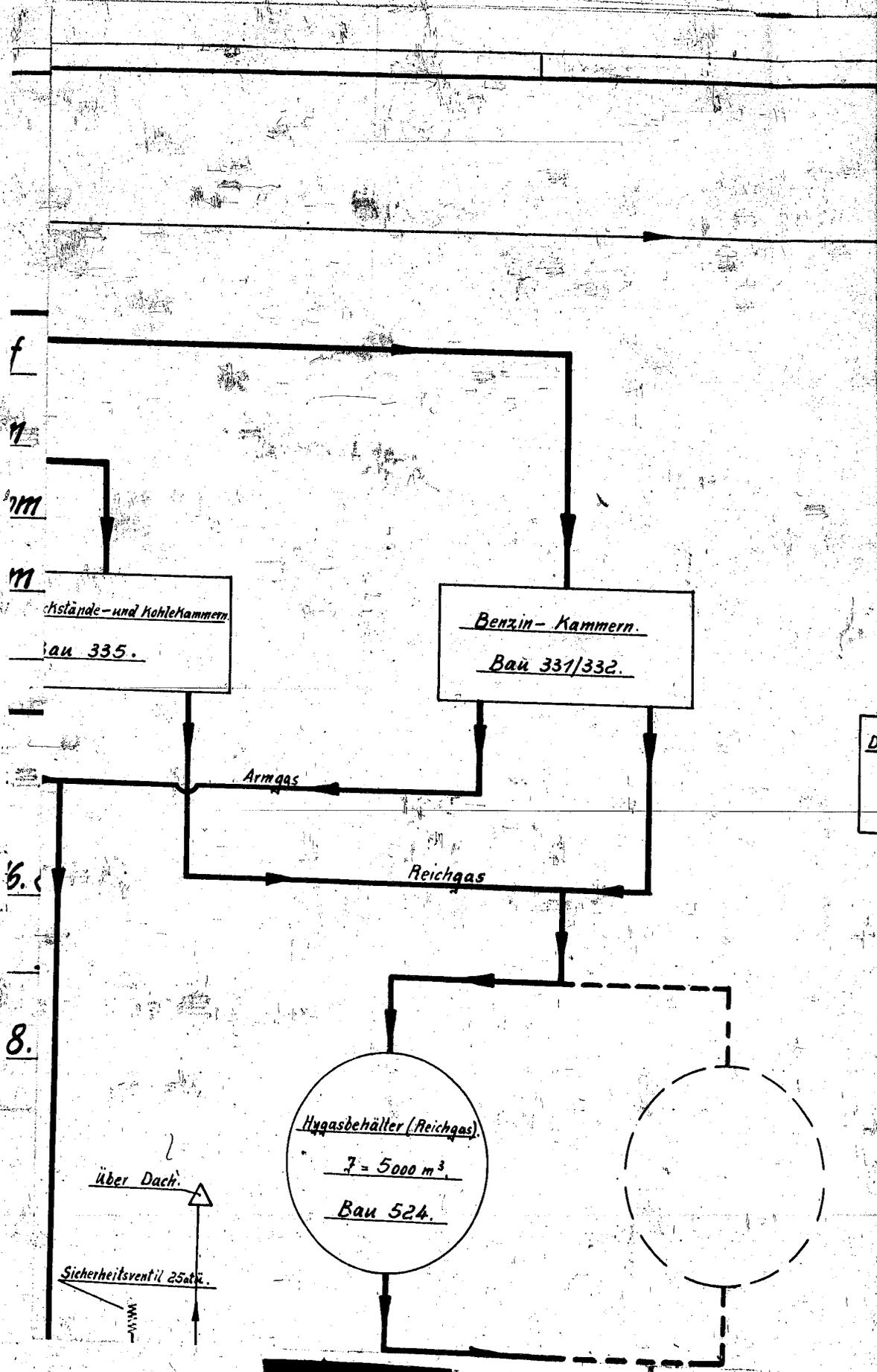
N₂-Behälter
7 = 1000 m³
Bau 218.

Inertgasfabrik.
Bau 225.

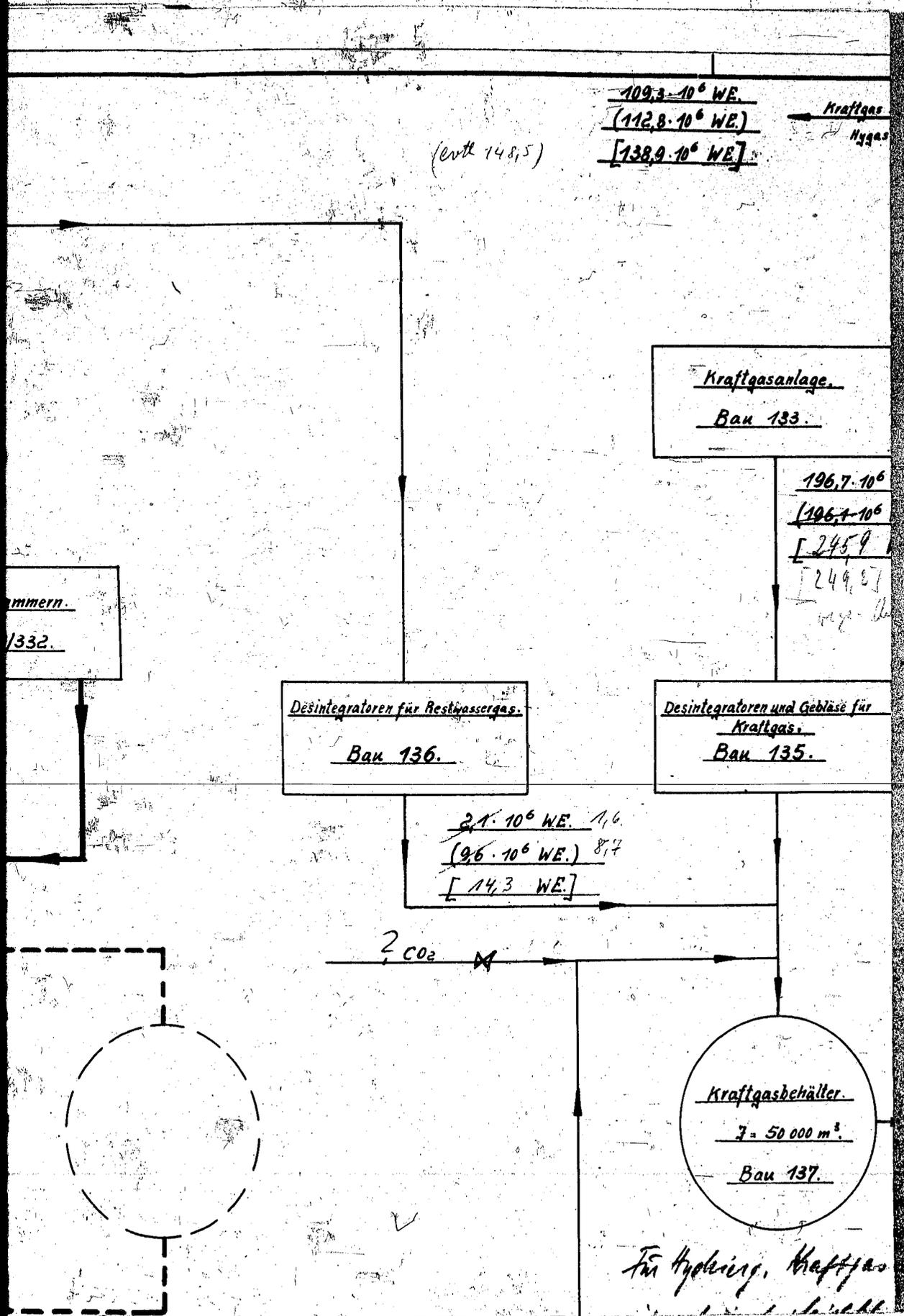
Krackrück

Inertgas zur Verwendung
im Werk.

01189



01190



18110

zur Verwendung in der
- Spaltanlage.

Kraftgas zur Verwendung
in der Hydrierung.

37,8 ~~87,6~~ · 10⁶ WE.
(37,9) (83,3 · 10⁶ WE.)
[58,9] [~~WE.~~]

Kraftgas zur Feststoffherstellung

44,1 (10⁶ WE)
(46,5)
[53,7] (Ba.)

Kraftgas für Sauerstoffherstellung

7,1 (56)
(7,1)
[7,1]

Gebläsehaus für Kraftgasnetz.

Bau 136.

Fackel.

01192

f
n

WE.
m WE) 195,6
[VE.] (evtl. 260,2)
m

6.5

8.

~~37.8 87.4 10° WE.~~
~~(37.9) (83.3 10° WE.)~~
~~[58.9] [WE.]~~

→ 44.1
(46.5)
[53.1] (Bat)

→ 7.1
(7.1)
[7.1]

0119C

Hygas-Spaltanlage I und II.
Bau 207/208.

und II.
K

25500 Nm³ ✓
(26500 Nm³) ✓
[32500 Nm³] ✓

70700
70600
70500

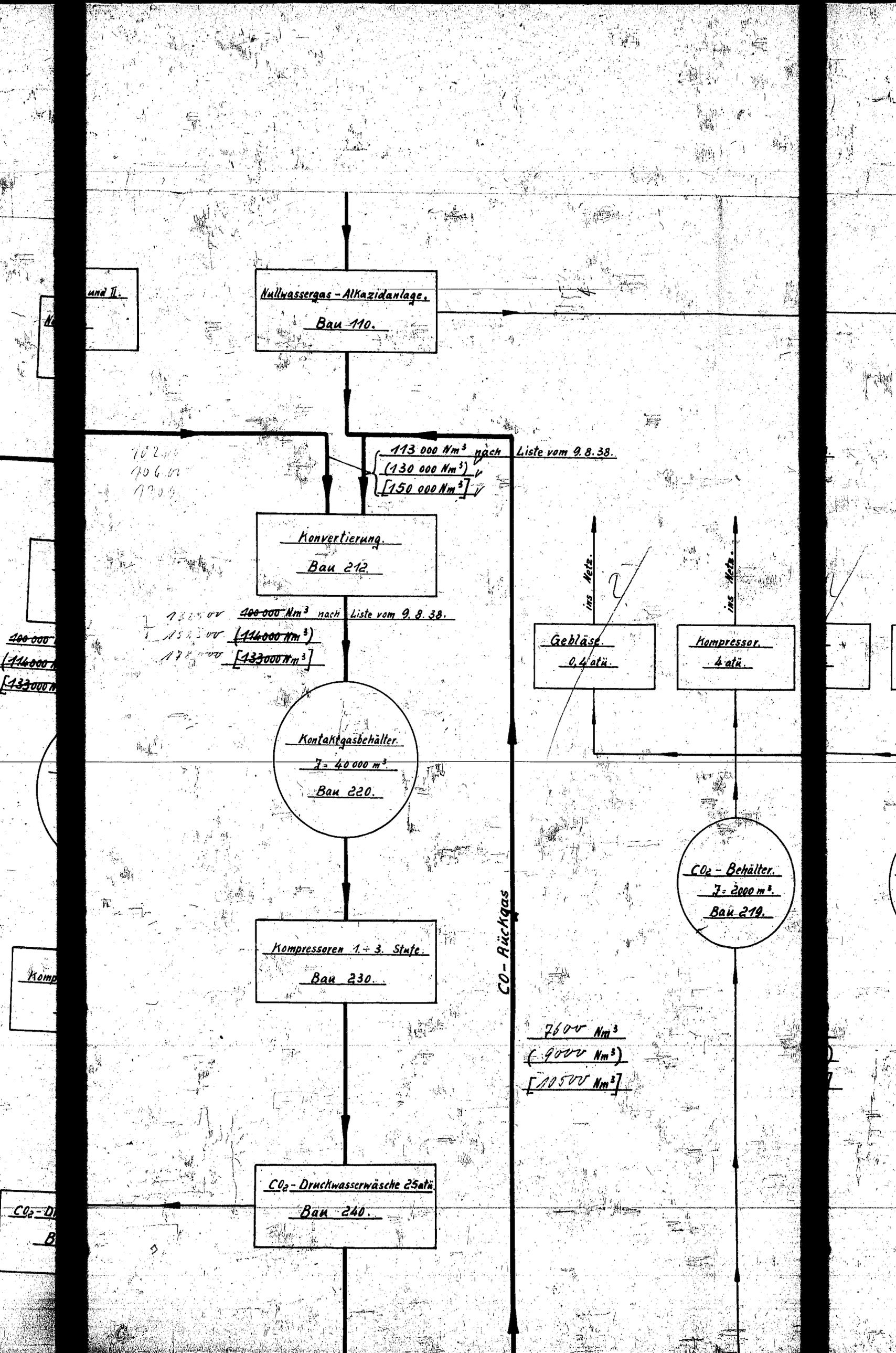
131500 [400000]
155500 [416000]
170000 [433000]

Organische Schwefelreinigung.
Bau 210.

Komp

Turmreinigung (Luzmasse).
Bau 213.

CO₂-D
B



...sor.

...hälter.
...000 m³.
...219.

Kompressor.
4 atü.

Kompressor.
8 atü.

CO₂-Behälter.
V = 2000 m³.
Bau 219.

Alkazid-Anlage für H₂-Armgas.
Bau 520.
20 ÷ 25 atü.

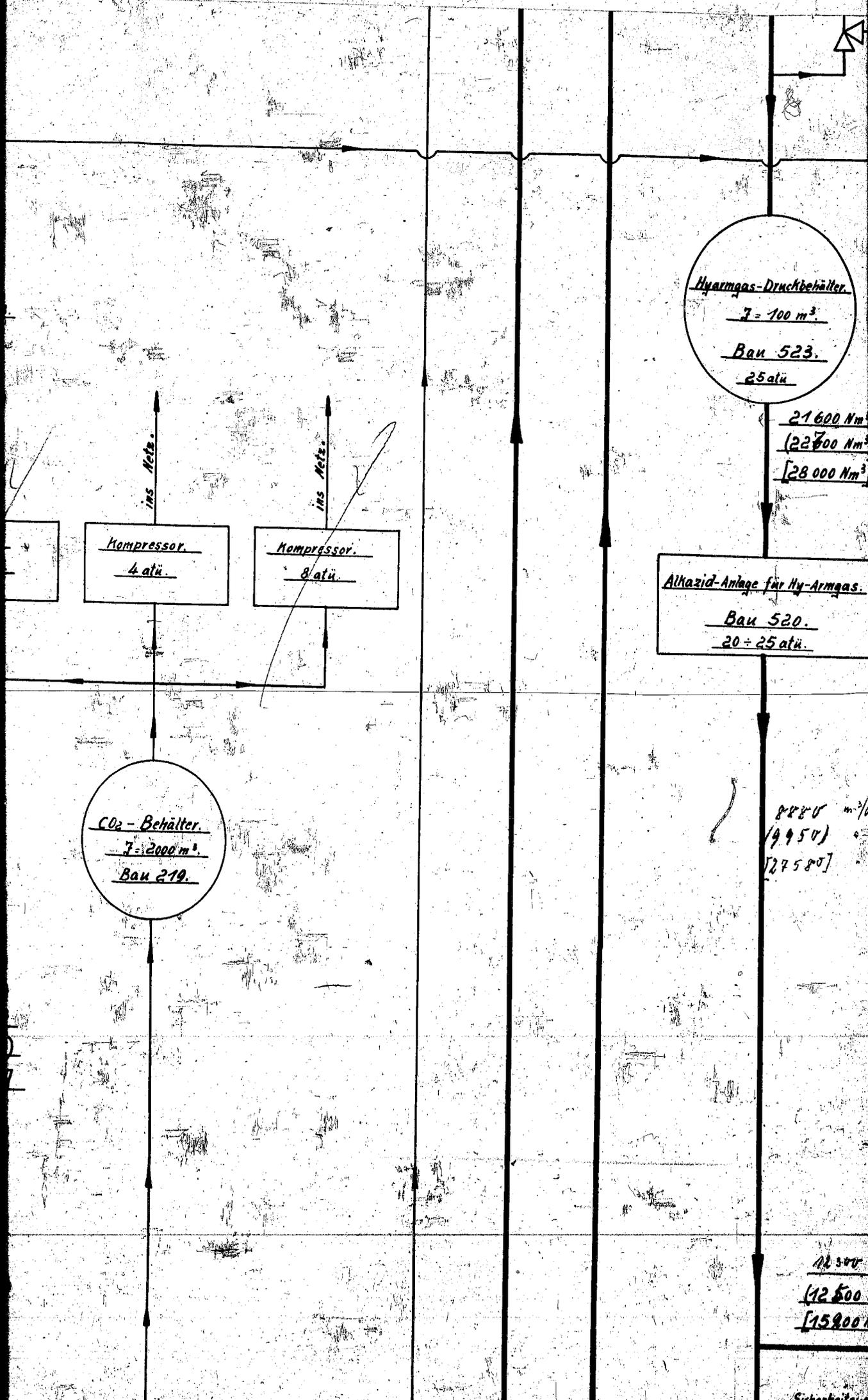
H₂armgas-Druckbehälter.
V = 100 m³.
Bau 523.
25 atü.

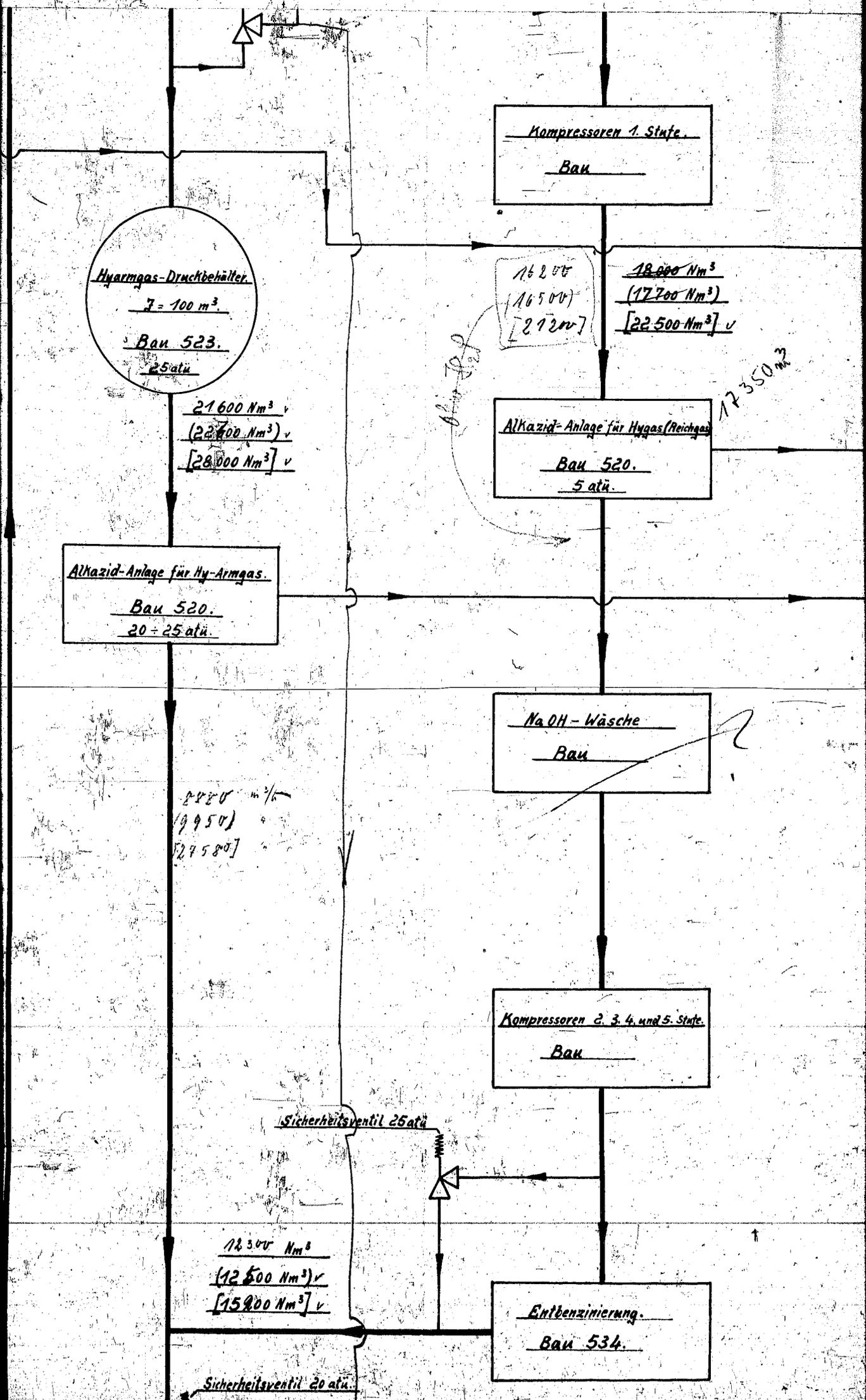
21600 Nm³
(22700 Nm³)
[28000 Nm³]

8880 m³/h
(9950)
[27580]

110300
(12500)
[15800]

Sicherheit





1. Stufe

18.000 Nm³
(17.700 Nm³)
[22.500 Nm³]

Hygas (Reichgas)
20.

cke

4. und 5. Stufe

ng.

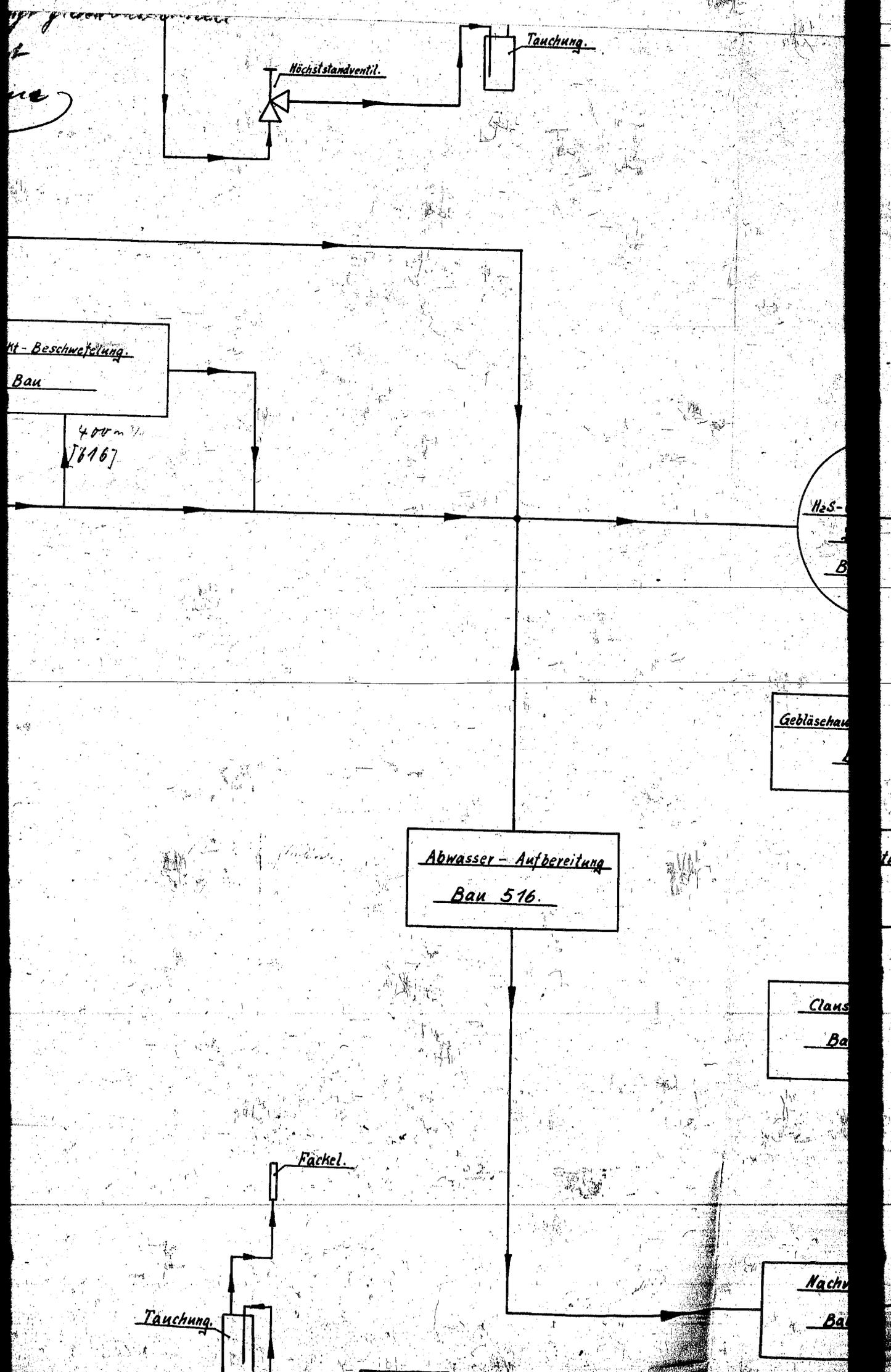
mit Mischung
Heizwert
also ohne

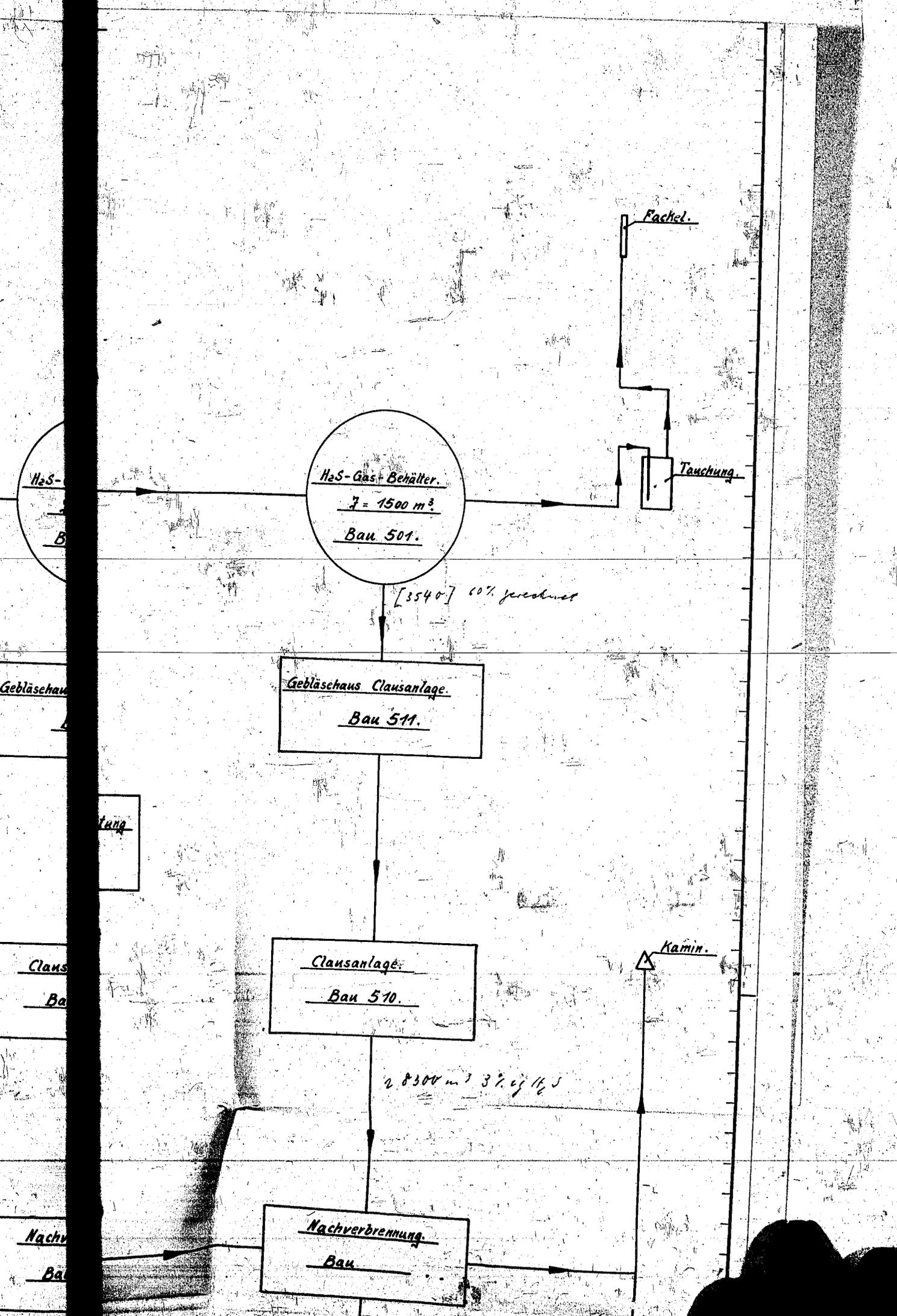
Produkt-Beschwefelung
Bau

H₂S abg. 1.0%
3.780 m³/h
[3.940]

400 m³/h
[616]

Tauchun





2 P 300 - 3 2 2 / 1 2 5

Kamin

Nachverbrennung
Bau

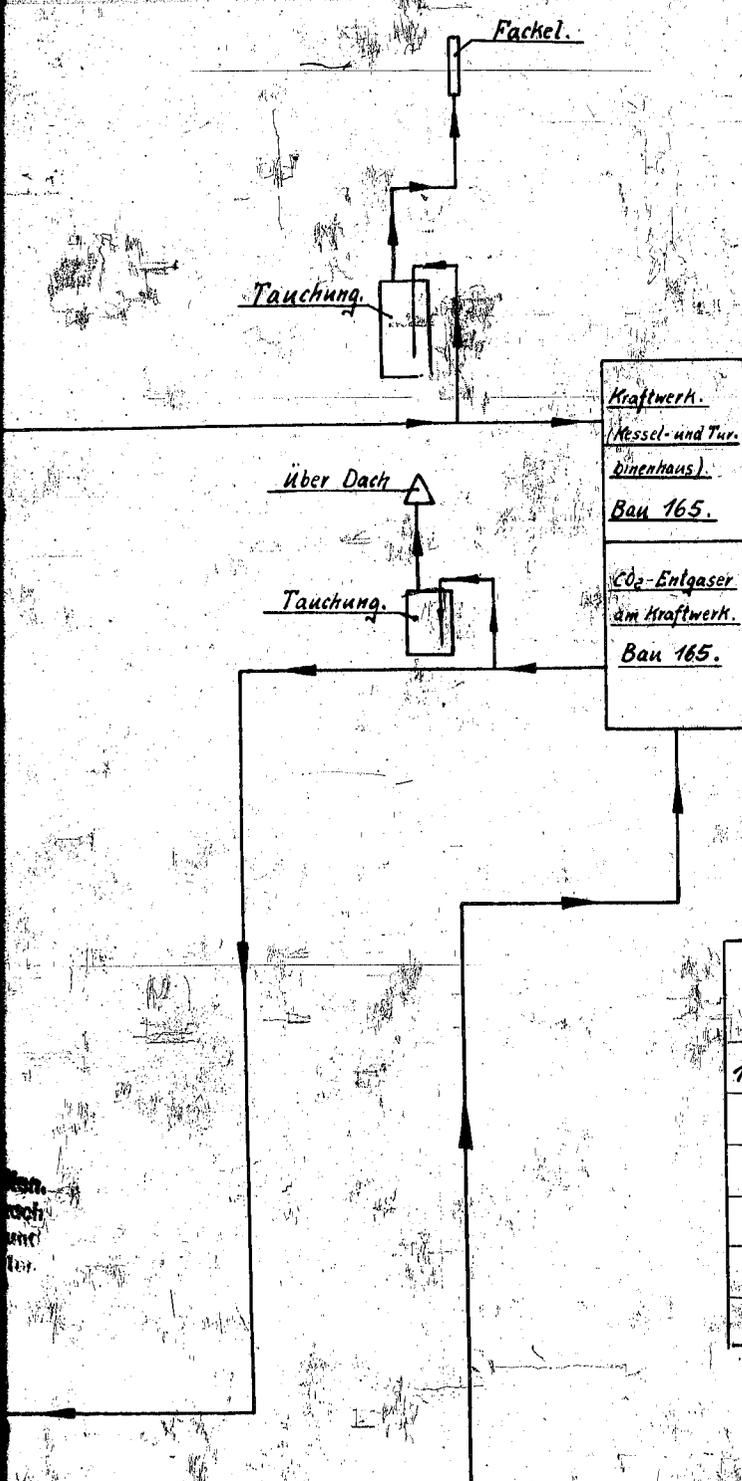
NaBkatalyse
Bau 512

Geändert							
Name:	Teil/Stück.	Benennung	Abmessungen	Werkstoff	Mod- od. Lager-Nr.	Gewicht	Bemerkung
<i>Prüfstem.</i>		Mineralöl-Baugesellschaft m. b. H.			Werks-Nr. St 70		- 1
		3359		- 1			
Maßstab:		Betriebsdruck: at		Fachgruppe:			
		Probdruck: at					
Datum: 13. Oktober 1938	Konstr.: <i>Prüfstem.</i>	Kontr.:		Normgeprüft:	Genehmigt:		
Ersatz für:		Ersetzt durch:					
Bau Nr.		<small>Das Urheberrecht an dieser Zeichnung verbleibt uns. Sie ist dem Empfänger nur zum persönlichen Gebrauch anvertraut. Ohne unsere Genehmigung darf sie nicht kopiert oder vervielfältigt, auch nicht dritten Personen, insbesondere Wettbewerbern, mitgeteilt oder zugänglich gemacht werden. Widerrechtliche Benutzung durch den Empfänger oder Dritte hat zivil- und strafrechtliche Folgen. Die Zeichnung ist uns im Falle der Nichtbestellung sofort zurückzugeben.</small>					

DIN A 0

Drucke Steing. G. m. A. N., Berlin SO 35

01201



Geändert		Teil	Stück	Benennung
am:	Name:			
14. 10. 38	Grüfstein.			Mineralöl-Bau m. b
				3
		Maßstab:		Be Pro
		Datum:		Kom Grüfstein
		13. Oktober 1938		
		Ersatz für:		
		Das Urheberrecht an dieser Zeichnung darf als nicht kopiert oder vervielfältigt, Benutzung durch den Empfänger oder Dr		
Stelln.	0			
Werk	Bau Nr.			

... und S. Stufe



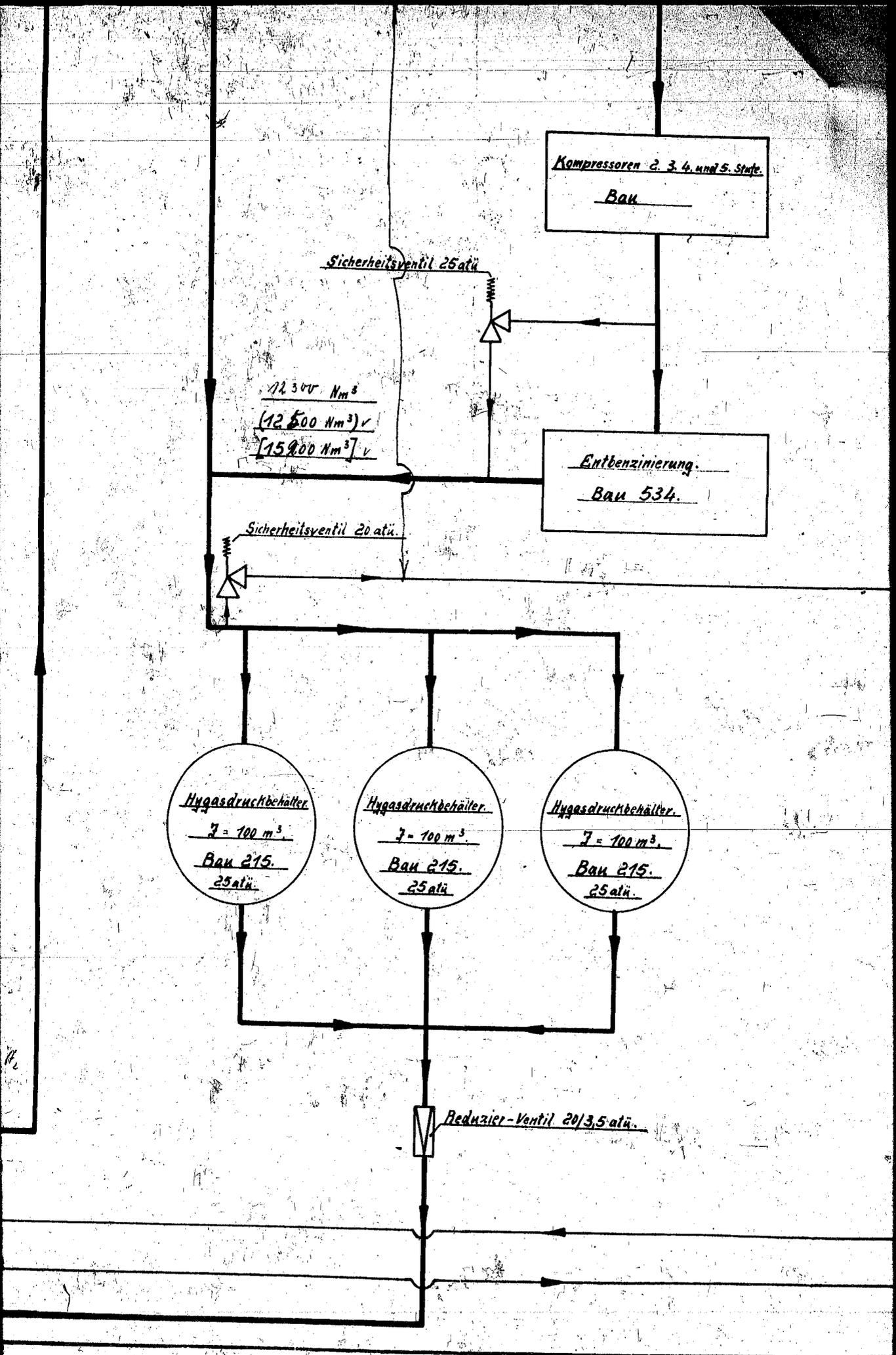
Tauchun

über D

Tauchu

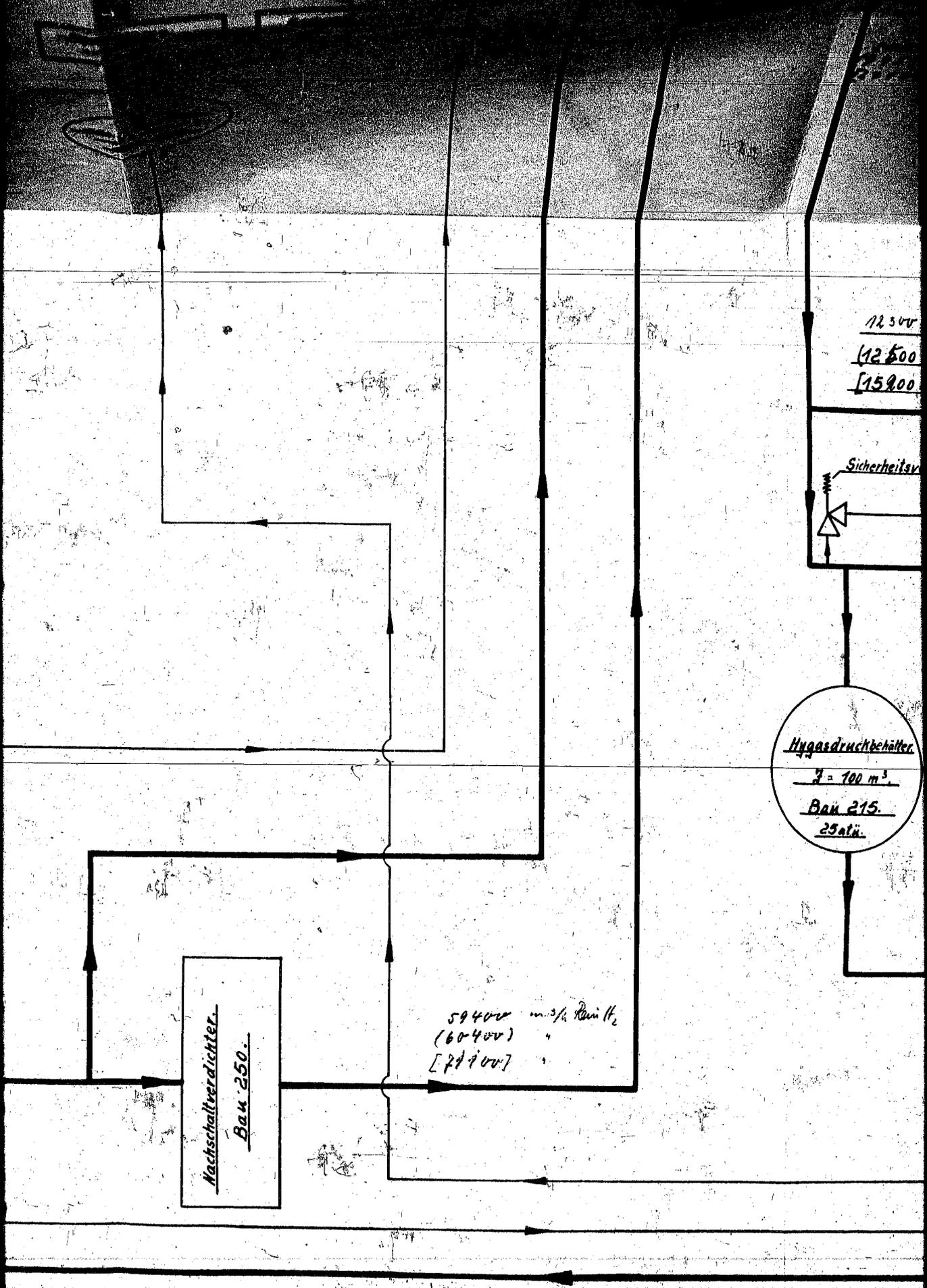
**Alle Urheberrechte bleiben uns vorbehalten.
Die Zeichnung ist nur für Ihren Gebrauch
bestimmt. Sie ist vertraulich zu behandeln und
muß so verwahrt werden, daß sie Unbefugten
nicht zugänglich ist.
Mineralöl-Baugesellschaft m. b. H.**

01203



12.300 Nm^3
 $(12.500 \text{ Nm}^3) \checkmark$
 $[15.900 \text{ Nm}^3] \checkmark$

01204



01205

Kompressoren 1 + 2. Stufe
Bau 220

CO₂-Druckwasserwäsche 25 atü
Bau 240

Kompressoren 4 + 6. Stufe
Bau 230

CO-Reinigung 325 atü
Bau 241

100 000 Nm³ nach Liste vom 9.8.38.
(114 500 Nm³) ✓
[133 000 Nm³] ✓

87500 m³ mit Reinst₂
(100500) ✓
[117400] ✓

Nachschaltverdichter
Bau 250

CO-Reinigung

100 000 Nm³
114 500 Nm³
133 000 Nm³

12500
112500
115900

Sicherheitsv

uchbehälter
100 m³
215
t_ü

01206

Thomsonleitung (LMSMAWA).
Bau 243.

CO₂

Komp

CO-1

Nachschaltverdichter.
Bau 250.

Gasschema für Hydrierwerk Stettin.

01207

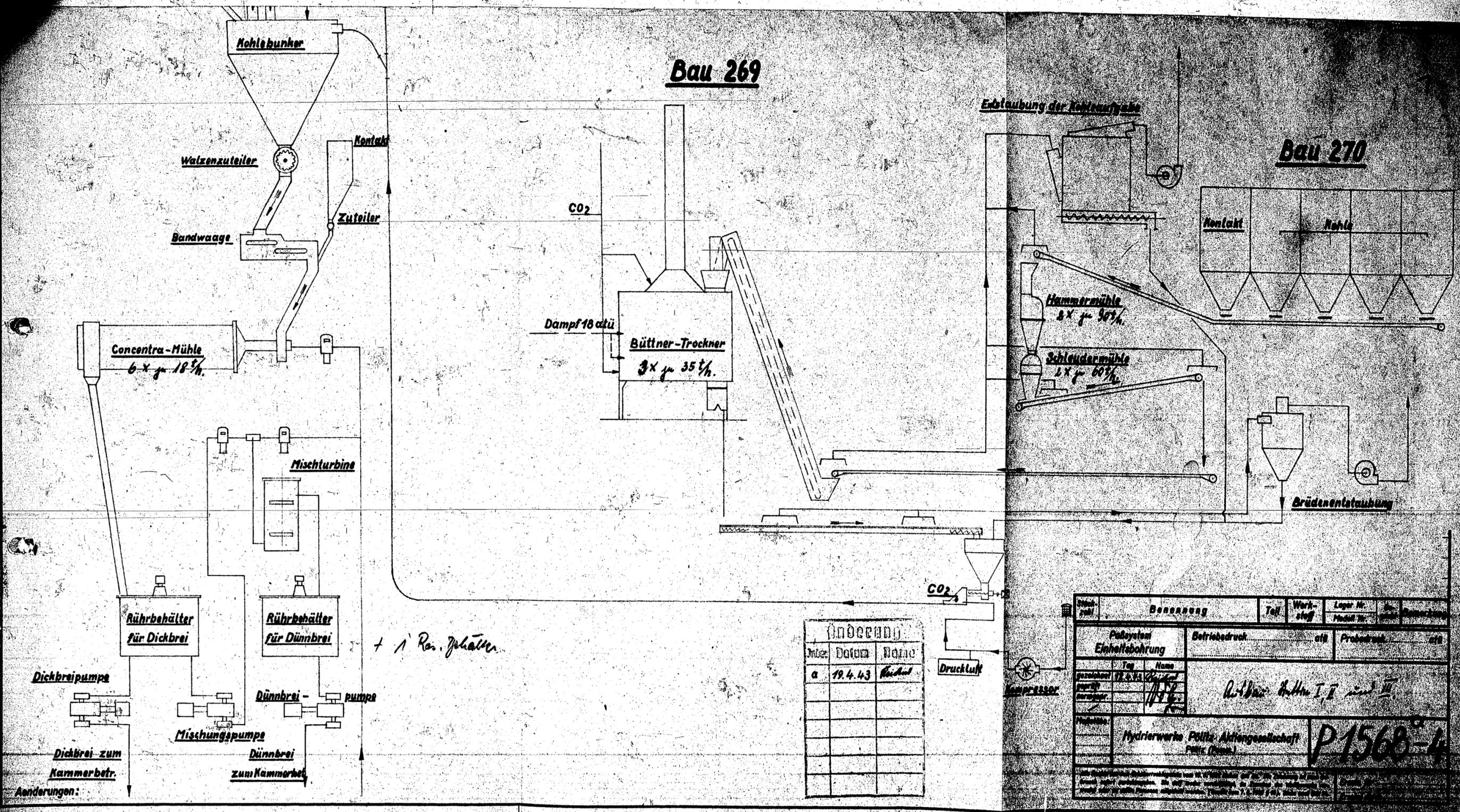
BAG No. 1

30/4.13

V GASIFICATION

7. Cool Grinding

01208



Änderung		
Indez.	Datum	Name
a	19.4.43	Reichard

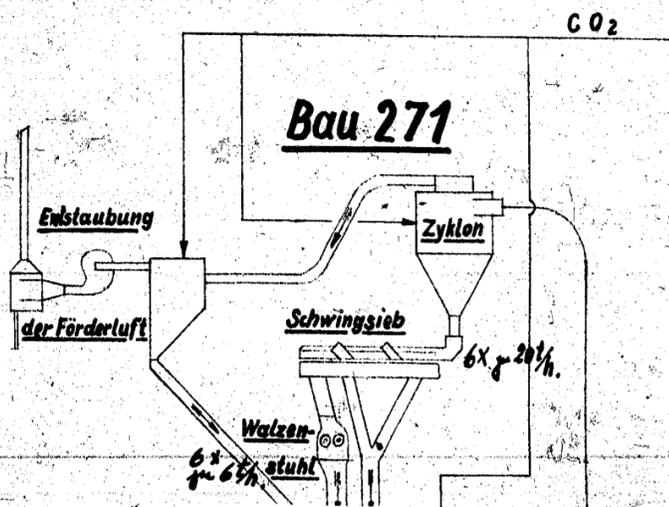
Werk- zahl	Benennung	Teil	Werk- stoff	Lager Nr. Modul Nr.	Gr.	Bezeichnung
	Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck	atü		Probendruck atü
	Tag	Name	<i>Autoren: Kuhn I, II und III</i>			
gezeichnet	22.4.43	Reichard				
geprüft						
Nachtrag:	Hydrierwerke Politz-Abfangeinschaft Politz (Ost)		P1568-4			

Nr. 269, 270, 271 Betrieb: Kohleaufbereitung Gegenstand: Schema der Kohleaufbereitung

01209

Zugehörige Zeichnungen

Zchg. Nr.



ACHTUNG!

Diese Zeichnung wurde an Herrn *Dr. Pety an Dr. Schmidt*
ausgegeben und ist nach Gebrauch an denselben sofort
zurückzugeben. Wird eine Zeichnung endgültig weitergegeben,
so ist dem Erstanfänger ein Nachweis mit Unterschrift aus-
zuhändigen. Wenn die Zeichnung abgelegt werden soll, ist
sie zu senden an Hydrierwerke Pöhlitz A.-G.
Zeichnungskartei Bau 11 Tel.

ZEICHNUNGSKARTEI

01210

ENDING OF

REEL 4

Documents - Photographed

ADRC

Date: AUG 2 1945

Mach. No. 3

Photographed By: Penning

01211

ENDING OF
REEL 4

Documents - Photographed

ADRC

Date:

AUG 2 1945

Mach. No.

3

Photographed By:

O'Leary

01212

ENDING OF
REEL 4

Documents - Photographed

ADRC

Date: AUG 2 1945

Mach. No. 3

Photographed By: Penning

