

Mit 2,0 g Grad  
den 3 Bälchen ganz

einem höheren

... der mit dem Namen des der Verarbeitung von F 2094 get. die  
sicht wurden.

besserer Asphalttabben und vor allem eine ausreichender Festtabben erhalten. Die Gas waren etwas leichter und weiter aufgeführt, wenn sowohl die höhere Aktivität des Kontaktes wie die Verringerung des Durchsatzes und die Erhöhung der Reaktions Temperatur beigetragen haben.

1

warden comm. brought also

Hydrataktivität des Chlors aus  
2,5 g Oxid-Nickel-Nitrat anzuheben

Es wurde dann das elementare Chlör durch Nitrosylchlorid (0,85 g) erzeugt, das verdünnt mit Methyläther ebenfalls in das Gefäß unter Einführung wurde. Als wichtigste Ergebnisse wurden erhalten

berücksichtigt, so erkennt man doch deutlich die erhebliche Verbesserung, die der Chlorsensitiv gegenüber der Verarbeitung ohne Chlor (Bilamin S) bewirkt. Sie ist in allen Punkten sichtbar, besonders in Abb. 200. hochmolekularen Bestandteilen und damit in Beschleunigungsfeld,

100

Die Schmelzergebnisse dieser Versuchsserie bestätigen erneut den Befund, daß das Verkleben Asphalt zu Baumstämmeblöcken in Schmelzzeit 1:10 nicht unterbreiten darf, wenn die Schmelzung störungs- frei verlaufen soll (s. das mitliegende Diagramm).

Gegenüber Holzpeile ist b) sonst völlig gleichen Bedin-

gegenseitiger Nährboden ist b), sonst völlig gleichem Bedingungen mit Chl. + Eisen-Roten ein etwas besserer Abbau des organischen Systems, aber auch etwas höhere Vermehrung zu erwarten; diese Vermutungen bedürfen indessen noch der Bestätigung durch weitere Versuche.

Die Werte durch die Chl. a, obwohl die Chl. a-Menge nach der Bilanz 7 auf 0,5 g Markgrabenwasser variieren war, wurde der Chl. a noch einer Fahrzeit mit 0,1 bzw. 0,01 von insgesamt nur 107 Stunden unrichtig, und zwar am 20. Stelle, da der Chl. a enthält, auf Temperaturen oberhalb 200 kommt. Es ist daher festzustellen, das bei 200 atm und Temperaturen, die in der Nähe der Ozeanoberflächen liegen, weder ES noch V-Material als Anreicherung von Chl. a beobachtet werden.

Wie die Salzwirkung an Silmen 7 (Tabelle 10a) zeigt, waren die Gie (mit weniger als 0,01 g Gie) praktisch cholesterfrei. Nur bei des eingehenden Cholesterin wurden in Abwesenheit und in Schwachkonzentration gefunden. Im Gegensatz bei Verwendung von Cholesterin häufige Bruchstellen in der Gie.

des einphasigen Chlors wurden in Abhängigkeit von der Temperatur nur die Funktionen, die überdies bei Verwitterung von Chlors häufig Bruchstücke von in Gegenwart durch Ammoniak entstehen, ist zu vermuten, das der größte Teil des Chlors als HCl-Wasser 10-12% -Wasser verdunstet und mit dem Dampf fortgetragen wurde.

zu beobachten. Nach Aussage des Zeugen, ist zu vermuten, das der größte Teil des Chlors als HCl-Mittel aus 10-Str.-Behälter abgelassen und mit dem Geringes fortgetragen wurde.

ges. Hapfer

**Sgt. Hapfer**

1

Inhaltsverzeichnis.

## Tabelle 1a - c

• 2  
• 2a - b

• 4

• 5

• 6

• 7

• 8

• 9

• 10a - c

• 11

• 12

• 13

• 14

• 15

• 16

• 17

## Bilanzen

Eigenschaften des Frischöls

Untersuchungen des Benzins -135°

Untersuchungen des Benzins 135-200°

Mittelkohlentersuchungen

Schwerkohlentersuchungen

Heizkohlentersuchungen

Kohlentersuchungen und Heizwert von Benzin  
und MittelölKohlentersuchungen und Heizwert von Frischöl,  
Schweröl und Schmelzrückstand.

Kohlentersuchungen

Verteilung des als KV vergastem C

iso - Butangehalt

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen

In Abgasen gelöste Stoffe

Phenolverlegung

Schwefelabgaben

Asphaltverlegung des Frischöls

Tabelle Ia.Rilansen.

Vom Fahren von P 1416 geteippt -323° auf Schwerölüberschuss  
bis 600 atm

Ofen 411

| Rilans Nr.                                                  | 1       | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7      |
|-------------------------------------------------------------|---------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| Tag 1940                                                    | 9.9.    | 14.9. | 21.9. | 25.9. | 29.9. | 4.10. | 16.10. |
| Schicht                                                     | ab      | ab    | ab    | ab    | ab    | ab    | ab     |
| Kontakt kolloidal 1. Abstreifer-<br>schweröl z. Hinfüllbrei |         |       |       |       |       |       |        |
| 7309 b. 12 <sup>h</sup>                                     | 1,5     | 1,5   | -     | -     | -     | -     | 1,5    |
| 5475 b. 12 <sup>h</sup>                                     | -       | -     | 1,0   | 1,0   | 1,0   | 1,5   | -      |
| 5703 b. 12 <sup>h</sup>                                     | 0,1     | 0,1   | 0,1   | 0,1   | 0,1   | 0,1   | 0,1    |
| P 95 1. Ofen unten                                          | -       | -     | -     | -     | -     | -     | 0,05   |
| Elektrifizierung Frischöl, Abschlepp                        | 1 : 0,5 |       |       |       |       |       |        |
| Fahrbefehlsnamen                                            |         |       |       |       |       |       |        |
| Temperatur Schlange °C                                      | 441     | 451   | 442   | 442   | 442   | 442   | 444    |
| Ofen °C                                                     | 476     | 476   | 476   | 478   | 478   | 479   | 478    |
| Abscheider °C                                               | 464     | 464   | 465   | 466   | 466   | 468   | 466    |
| Durchsatz kg Frischöl/ktr.<br>Of. Vol./Std.                 | 0,626   | 0,618 | 0,705 | 0,638 | 0,568 | 0,563 | 0,625  |
| Gas atm/kg Frischöl                                         | 3,05    | 2,89  | 2,96  | 3,01  | 2,94  | 3,09  | 3,00   |
| Umdrehungszahl d. Ofenrührers/<br>Min.                      | 38      | 38    | 38    | 38    | 38    | 38    | 38     |

- 1) Grade-Eisen-Titan
- 2) Grade - Molybdän
- 3) Na<sub>2</sub>S, Sulfigran
- 4) CO<sub>2</sub> mit 91,7 % O<sub>2</sub>

Tabelle 1b

## Bilanzen

Ergebnisse 1)

| Bilanz Nr.                                                       | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |
|------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Reibbilanz aus/ein                                               | 97,9  | 98,3  | 98,8  | 97,6  | 99,3  | 98,1  | 97,6  |
| Ausbeute anstreifen auf Reinfrischöl + H <sub>2</sub> -Verbrauch | 96,1  | 96,9  | 97,9  | 95,8  | 98,3  | 96,7  | 96,5  |
| Prakt. Ölgehalt (Bilanz-Gl.)-Leistung                            | 0,485 | 0,468 | 0,561 | 0,510 | 0,472 | 0,455 | 0,501 |
| Prakt. Ölgehalt auf Reinfrischöl                                 | 77,8  | 76,1  | 79,8  | 80,2  | 83,4  | 81,2  | 80,5  |
| darin Benzol -135°                                               | 4,9   | 5,1   | 5,6   | 7,5   | 5,9   | 5,7   | 5,6   |
| Benzol 175-200°                                                  | 3,0   | 3,2   | 3,9   | 3,5   | 3,5   | 4,4   | 5,0   |
| Mittelöl 200-325°                                                | 25,3  | 48,5  | 45,2  | 43,8  | 31,2  | 48,9  | 45,7  |
| Schweröl über 325°                                               | 38,8  | 49,2  | 48,5  | 48,8  | 41,4  | 41,0  | 43,7  |
| Vergasung auf prakt. Ölgehalt                                    | 15,6  | 14,4  | 15,2  | 12,4  | 11,4  | 15,3  | 14,0  |
| Vergasung 0 auf 0 den Frischöl                                   | 12,9  | 12,0  | 11,4  | 20,6  | 18,5  | 11,7  | 12,5  |
| davon als CO                                                     | 3,1   | 3,0   | 3,8   | 3,2   | 1,6   | 1,8   | 1,7   |
| " " CO <sub>2</sub>                                              | 0,8   | 0,4   | 0     | 0,2   | 0,3   | 0,6   | 2,0   |
| Asphaltabbau d. organ. Festen                                    | 26,9  | 22,3  | 22,0  | 28,7  | 22,1  | 22,2  | 28,4  |
| Abbau d. organ. Festen                                           | 22,5  | 27,8  | 22,3  | 20,4  | 25,7  | 25,7  | 25,6  |
| Reinfrischöl auf Frischöl                                        | 16,2  | 24,7  | 12,4  | 14,2  | 3,5   | 9,2   | 11,6  |
| Schweröl auf Frischöl                                            | 10,8  | 14,8  | 7,9   | 8,6   | 8,1   | 5,8   | 7,2   |
| Wasserneubildung auf Reinfrischöl                                | 1,0   | 1,0   | 3,6   | 1,0   | 2,0   | 2,5   | 1,0   |
| Reibbilanz aus/ein                                               | 21,1  | 202,0 | 59,2  | 66,7  | 50,0  | 55,3  | 33,3  |

- 1) Benzol brennfrei
- 2) korrigiert
- 3) Abstreifer und Abschläm korrigiert
- 4) nach Abzug des aus CO<sub>2</sub> gebildeten Methans
- 5) der Gaseichtedifferenz nach zu hoch bestimmt, Geschätzter Wert 14,0
- 6) der Gaseichtedifferenz nach zu niedrig bestimmt, Geschätzter Wert für die Vergasung 13,2

Tabelle 1c

## Bilanzen (Fortsetzung)

Analyse des Anfalls

| Bilanz Nr.                           | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |
|--------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Abstreifer spez. Gew./20°            |       | 1,008 |       |       | 1,013 |       |       |
| - 135°                               |       | 4,7   |       |       | 3,1   |       |       |
| 175-200°                             |       | 3,4   |       |       | 2,8   |       |       |
| 200-325°                             |       | 45,4  |       |       | 46,9  |       |       |
| Abstreifer + Schweröl spez. Gew./20° |       | 1,018 | 1,024 | 1,023 | 0,983 | 1,018 | 1,013 |
| - 135°                               |       | 3,1   | 4,1   | 2,0   | 5,3   | 2,7   | 3,5   |
| 175-200°                             |       | 2,6   | 2,7   | 2,6   | 3,1   | 3,9   | 4,2   |
| 200-325°                             |       | 48,7  | 42,4  | 42,6  | 41,2  | 47,4  | 44,2  |
| Abschläm spez. Gew./25°              | 1,106 | 1,133 | 1,096 | 1,080 | 1,084 | 1,086 | 1,096 |
| Benzol festes                        | 24,9  | 21,8  | 18,4  | 18,6  | 20,9  | 26,2  | 14,0  |
| Asche im Festen                      | 22,4  | 20,2  | 23,0  | 22,5  | 21,1  | 24,4  | 23,5  |
| in Öl -200°                          | 0,7   | 0,8   | 0,4   | 1,4   | 1,2   | 0,7   | 1,2   |
| 200-325°                             | 22,2  | 14,5  | 20,6  | 20,4  | 25,2  | 23,7  | 17,8  |
| s-Asphalt                            | 5,1   | 5,7   | 2,3   | 2,6   | 2,9   | 2,6   | 3,8   |
| Note                                 | 30-40 | 30-40 | 80    | 70    | 70    | 90    | 20    |

Tabelle 2.

## Eigenschaften des Frischöls.

P 1416 getropft -325

| Untersuchungs Nr.         | 1     | 2     | 3     | 4    | 5     | 2-5   | s-Verf. |
|---------------------------|-------|-------|-------|------|-------|-------|---------|
| aus Tank Nr.              | 1     | 1     | 1     | 1    | 1     | 1     | 1       |
| zu Bilanz Nr.             | 1     | 2     | 2     | 4    | 7     | 2-7   | 1-2     |
| Erweichungspunkt Krümmern | 16    | 35,8  | +35,5 | -    | -     | 35,7  | 47      |
| Wasser                    | Spur  | Spur  | 0     | -    | 0,2   | Spur  | 0,6     |
| Benzolunlösliches         | 12,8  | 14,5  | 8,7   | 8,5  | 8,1   | 9,6   | 7,5     |
| Asche im Festen           | 4,4   | 3,3   | 1,4   | 2,9  | 4,5   | 3,0   | 1,3     |
| von Öl spez. Gew./100°    | 1,132 | 1,154 | 1,152 | -    | 1,162 | 1,156 | 1,176   |
| - 325°                    | 13,6  | 2,6   | 2,4   | -    | 2,4   | 2,5   | 1,3     |
| s-Asphalt                 | 21,3  | 27,2  | 24,3  | 28,9 | 26,7  | 26,8  | 31,0    |
| H diep.                   | -     | -     | 5,94  | -    | -     | 5,94  | 5,31    |

Vakuum siedekurve

(s. Untersuchung 3)

bei 18 mm Hg

Gew. %

spez. Gew./100°

165 - 325°

- 325°

- 325°

+ R

14,7

34,7

37,4

99,9

1,070

1,104

1,142

-

69

Elementaranalyse s. Tabelle 9

Asphaltzerlegung s. Tabelle 17

1) Probe aus der kleinen Destillation.



Tabelle 3a.

## Untersuchungen des Benzins -135°.

| Stilans Nr.                           | 2                                                                                                                             | 5            |
|---------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|
| Benzin -135° aus Abstreifer+Gasbenzin | 93,6:6,4                                                                                                                      | 76,8:23,2    |
| Wahl spez.Gewicht/20°                 | 0,760                                                                                                                         | 0,734        |
| Phenole                               | 0,7                                                                                                                           | 0,2          |
| Anilinpunkt                           | + 19,5                                                                                                                        | + 27,8       |
| Raffination:                          | 1 x mit 10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 10%ig raffiniert,<br>1:1 mit NaOH+0,1% S behandelt und<br>über Gasöl redestilliert |              |
| Raffinationsverlust Vol.%             | 1,0                                                                                                                           | 1,0          |
| Redestillationsverlust Gew.%          | 11,1                                                                                                                          | 8,3          |
| Raffiniert: spez.Gewicht/20°          | 0,748                                                                                                                         | 0,726        |
| Anilinpunkt I                         | + 22,8                                                                                                                        | + 31,4       |
| IIa                                   | + 23,8                                                                                                                        | + 31,5       |
| II                                    | + 30,4                                                                                                                        | + 31,6       |
| Teste: Cu-Streifen                    | Anlauffarben                                                                                                                  | Anlauffarben |
| Cu-Schale                             | "                                                                                                                             | "            |
| Dr.-Test                              | negativ                                                                                                                       | negativ      |
| H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test  | unter 2                                                                                                                       | unter 2      |
| Jedzahl                               | 23,7                                                                                                                          | 26,0         |
| Zusammensetzung: Paraffine %          | 24,7                                                                                                                          | 30,5         |
| Naphtene %                            | 43,4                                                                                                                          | 47,0         |
| Aromaten %                            | 26,2                                                                                                                          | 19,0         |
| ungesättigter HW%                     | 3,7                                                                                                                           | 3,5          |
| Klopffwert Motor                      | 70,5                                                                                                                          | 73,5         |

Tabelle 3b

Untersuchung der Benzine -135°

| Bilanz Nr.                     | 2      | 5      |
|--------------------------------|--------|--------|
| ASTM - Siedekurve              |        |        |
| Siedebeginn                    | 47     | 38     |
| - 50°                          | -      | 4,0    |
| - 60°                          | 2,0    | 16,5   |
| - 70°                          | 10,5   | 31,5   |
| - 80°                          | 27,5   | 47,5   |
| - 90°                          | 50,0   | 65,0   |
| - 100°                         | 70,0   | 80,0   |
| - 110°                         | 85,0   | 88,5   |
| - 120°                         | 90,0   | 92,5   |
| - 130°                         | 94,5   | 95,0   |
| - 135°                         | 96,0   | 96,0   |
| - 140°                         | 98,0   | 97,5   |
| + R                            | 99,0   | 98,5   |
| Fraktion 80-100° spez.Gew./20° | 0,743  | 0,740  |
| Anilinpunkt °C                 | + 23,5 | + 25,5 |
| " 110-140° spez.Gewicht        | 0,782  | 0,790  |
| Anilinpunkt °C                 | + 5,5  | + 6,5  |

Tabelle 4.

## Untersuchungen des Benzins 135-200°

| Bilanz Nr.                             | 2                                                                                                                              | 5     |
|----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| <b>Roht</b> spez.Gew./20°              | 0,900                                                                                                                          | 0,896 |
| Phenole %                              | 24,0                                                                                                                           | 14,5  |
| Anilinpunkt berechnet °C               | -19                                                                                                                            | -17,5 |
| <b>Raffination</b> 1)                  | 1x mit 10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 10%ig raffiniert,<br>1:1 mit NaOH + 0,1% S behandelt und<br>über Gasöl redestilliert |       |
| Raffinationsverlust Vol%               | 10,0                                                                                                                           | 8,1   |
| Redestillationsverlust Gew%            | 14,2                                                                                                                           | 14,5  |
| <b>Raffiniert:</b> spez.Gew./20°       | 0,861                                                                                                                          | 0,862 |
| Anilinpunkt I ber. °C                  | -20,2                                                                                                                          | -16,5 |
| " " Ia " °C                            | -19,8                                                                                                                          | -15,7 |
| " " II " °C                            | +62,4                                                                                                                          | +61,0 |
| <b>Zusammensetzung:</b> Paraffine %    | 11,9                                                                                                                           | 26,0  |
| Naphthene %                            | 4,0                                                                                                                            | 11,0  |
| Aromaten %                             | 78,4                                                                                                                           | 58,0  |
| unges. KW %                            | 5,7                                                                                                                            | 5,0   |
| <b>Klopffwert Motor</b>                | 79,0                                                                                                                           | 80,5  |
| <b>ASTM-Siedekurve</b>                 |                                                                                                                                |       |
| Siedebeginn °C                         | 136                                                                                                                            | 134   |
| - 140°                                 | -                                                                                                                              | 1,5   |
| - 150°                                 | 7,5                                                                                                                            | 18,0  |
| - 160°                                 | 28,0                                                                                                                           | 35,0  |
| - 170°                                 | 50,5                                                                                                                           | 54,5  |
| - 180°                                 | 70,5                                                                                                                           | 70,5  |
| - 190°                                 | 85,0                                                                                                                           | 82,5  |
| - 200°                                 | 92,5                                                                                                                           | 91,5  |
| - 210°                                 | 95,5                                                                                                                           | 95,0  |
| - 218°                                 | 97,0                                                                                                                           | 97,0  |
| + R                                    | 98,5                                                                                                                           | 98,5  |
| <b>Fraktion 150-180°</b> spez.Gew./20° | 0,858                                                                                                                          | 0,858 |
| Anilinpunkt ber. °C                    | -24,2                                                                                                                          | -21,5 |

I) Bei der Behandlung mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> war bei dem Benzin der Bilanz 2 starker Ausfall von weißen Kristallen zu beobachten. Die daraus isolierten Basen hatten einen Siedebereich von (70)°-190°.

Tabelle 5.

## Mittelöluntersuchungen.

| Bilanz Nr.                                                      | 2                   | 5                  |
|-----------------------------------------------------------------|---------------------|--------------------|
| <b>Abstreifer über 200°-Schwefel</b><br>darin Mittelöl -325° °C | 83,3; 16,7<br>-44,5 | 93,7; 6,3<br>-45,8 |
| <b>Roht</b> spez.Gew./20°                                       | 0,992               | 0,988              |
| Phenole %                                                       | 2,0                 | 2,0                |
| <b>Gew. Angler</b> Siedebeginn °C                               | 220                 | 210                |
| - 225°                                                          | -                   | 1,5                |
| - 250°                                                          | 11,0                | 16,5               |
| - 275°                                                          | 28,5                | 42,5               |
| - 300°                                                          | 70,5                | 73,5               |
| - 325°                                                          | 82,5                | 93,0               |
| - 350°                                                          | -                   | 95,0               |
| - 345°                                                          | 98,9                | -                  |
| + R                                                             | 99,9                | 100,0              |
| <b>Entschwefelt:</b>                                            |                     |                    |
| spez.Gew./20°                                                   | 0,990               | 0,984              |
| Anilinpunkt ber. °C                                             | -39                 | -38                |
| ungesättigte KW %                                               | 13,0                | 11,5               |
| <b>Fraktion 240-270°</b> spez.Gew./20°                          | 0,968               | 0,964              |
| Anilinp. ber. °C                                                | -38                 | -37                |
| <b>280-310°</b> spez.Gew./20°                                   | 0,998               | 0,992              |
| Anilinp. ber. °C                                                | -38,5               | -39                |

Tabelle 6.

## Schweröluntersuchungen.

| Bilanz Nr.                                                     | 4     | 5     |
|----------------------------------------------------------------|-------|-------|
| <b>Schweröl über 325° aus Abstreifer -200°</b><br>+ Schwefel % | 55,5  | 45,8  |
| spez.Gew./50°                                                  | 1,084 | 1,062 |
| <b>Vakuum-Siedekurve bei m/m Hg</b>                            |       |       |
| Siedebeginn °C                                                 | 18    | 14    |
| - 225°                                                         | 165   | 185   |
| spez.Gew./40°                                                  | 66,4  | 58,3  |
| - 275°                                                         | 1,050 | 1,046 |
| spez.Gew./60°                                                  | 92,0  | 89,8  |
| - 325°                                                         | 1,076 | 1,064 |
| spez.Gew./90°                                                  | 96,3  | 97,9  |
| + R                                                            | 1,090 | 1,086 |
|                                                                | 99,9  | 100,0 |

Tabelle 7.

Heizöluntersuchungen.

| Bilanz Nr.<br>Ort<br>Mischungsverhältnis<br>bezogen auf 100 | 2        |                        | 3        |                        | 4        |                        | 5        |                        | 6        |                        | 7        |                        |
|-------------------------------------------------------------|----------|------------------------|----------|------------------------|----------|------------------------|----------|------------------------|----------|------------------------|----------|------------------------|
|                                                             | Schweröl | Schweröl<br>+ Mittelöl | Schweröl | Schweröl<br>+ Mittelöl | Schweröl | Schweröl<br>+ Mittelöl | Schweröl | Schweröl<br>+ Mittelöl | Schweröl | Schweröl<br>+ Mittelöl | Schweröl | Schweröl<br>+ Mittelöl |
|                                                             | Laber    | Laber                  | Laber    | Laber                  | Laber    | Laber                  | Laber    | Laber                  | Laber    | Laber                  | Laber    | Laber                  |
| spez. Gew. / 20°                                            | 1,105    | 1,066                  | 1,082    | 1,089                  | 1,082    | 1,089                  | 1,082    | 1,089                  | 1,082    | 1,089                  | 1,082    | 1,089                  |
| Stechpunkt °                                                | - 1      | - 26                   | - 16     | - 13                   | - 16     | - 13                   | - 16     | - 13                   | - 16     | - 13                   | - 16     | - 9                    |
| Flammpunkt °                                                | 185      | 132                    | 162      | 176                    | 162      | 176                    | 162      | 176                    | 162      | 176                    | 162      | 160                    |
| Brennpunkt °                                                | 257      | 162                    | 204      | 226                    | 204      | 226                    | 204      | 226                    | 202      | 210                    | 210      | 210                    |
| Koktest %                                                   | 0,88     | 0,65                   | 0,75     | 0,6                    | 0,75     | 0,6                    | 0,75     | 0,6                    | 0,70     | 1,43                   | 1,43     | 1,43                   |
| a-Asphalt %                                                 | 0,4      | 0,3                    | 0,5      | 0,5                    | 0,5      | 0,5                    | 0,5      | 0,5                    | 0,5      | 1,0                    | 1,0      | 1,0                    |
| Asche i. Samen %                                            | 0,01     | Spuren                 | Spuren   | 0,002                  | Spuren   | 0,002                  | Spuren   | 0,002                  | 0,03     | Spuren                 | Spuren   | Spuren                 |
| Viskosität °E/20°                                           | rd. 200  | 12,24                  | -        | 86,8                   | -        | 86,8                   | -        | 86,8                   | -        | -                      | -        | -                      |
| /30°                                                        | 46,9     | -                      | -        | -                      | -        | -                      | -        | -                      | -        | -                      | -        | -                      |
| /50°                                                        | 8,07     | 2,22                   | 3,72     | 5,26                   | 3,72     | 5,26                   | 3,72     | 5,26                   | 3,93     | 5,30                   | 5,30     | 5,30                   |
| /80°                                                        | -        | -                      | 1,49     | 1,70                   | 1,49     | 1,70                   | 1,49     | 1,70                   | 1,57     | 1,74                   | 1,74     | 1,74                   |
| Paraffine %                                                 | -        | -                      | -        | 0,008                  | -        | 0,008                  | -        | 0,008                  | -        | -                      | -        | -                      |
| Phenole %                                                   | -        | -                      | -        | 0,5                    | -        | 0,5                    | -        | 0,5                    | -        | -                      | -        | -                      |
| Satzfreiheit                                                | -        | -                      | -        | frei                   | -        | frei                   | -        | frei                   | -        | -                      | -        | -                      |



Tabelle 8.

Elementaranalysen und Heizwert von Bensa und Mittelöl.

| Bilanz Nr.  | Bensa -135° |            |            | Bensa 135-325° |            |            | Mittelöl 200 - 325° |            |            |
|-------------|-------------|------------|------------|----------------|------------|------------|---------------------|------------|------------|
|             | 2           | 5          | 7          | 2              | 5          | 7          | 2                   | 5          | 7          |
| C %         | 86,63       | 86,71      | -          | 85,89          | 87,08      | -          | 88,81               | 89,34      | -          |
| H %         | 13,20       | 13,16      | -          | 9,92           | 10,24      | -          | 8,88                | 8,98       | -          |
| O %         | 0           | 0          | -          | 3,28           | 1,84       | -          | 1,29                | 0,82       | -          |
| N %         | 0,36        | 0,14       | -          | 0,86           | 0,78       | -          | 0,90                | 0,78       | -          |
| S %         | 0,027       | 0,02       | -          | 0,049          | 0,06       | -          | 0,12                | 0,084      | -          |
| Cl %        | -           | unter 0,01 | unter 0,01 | -              | unter 0,01 | unter 0,01 | -                   | unter 0,01 | unter 0,01 |
| U HW cal/kg | -           | -          | -          | -              | -          | -          | -                   | 9553       | -          |

Tabelle 9.

Elementaranalysen und Heizwert von Frischöl, Abtreiferschweröl und Schmelzrückstand.

| Bilanz Nr. bzw. Tag          | Frischöl |       |       | Abtreiferschweröl |            |            | Schmelzrückst. |       |   | CO <sub>2</sub> techn. |
|------------------------------|----------|-------|-------|-------------------|------------|------------|----------------|-------|---|------------------------|
|                              | 2        | 5     | 7     | 2                 | 5          | 7          | 2              | 5     | 7 |                        |
| C %                          | 90,30    | 91,21 | -     | 93,59             | 90,51      | -          | 80,92          | 80,92 | - | 8,30                   |
| H %                          | 2,38     | 2,84  | -     | 7,63              | 7,64       | -          | 12,73          | 12,73 | - | -                      |
| O %                          | 2,59     | 1,31  | -     | 0,78              | 0,96       | -          | 0,21           | 0,21  | - | -                      |
| N %                          | 1,01     | 1,00  | -     | 0,70              | 0,60       | -          | 0,75           | 0,75  | - | -                      |
| S flüchtig %                 | -        | -     | -     | -                 | -          | -          | 2,90           | 2,90  | - | -                      |
| S gesamt %                   | 0,72     | 0,64  | -     | 0,30              | 0,29       | -          | 0,60           | 0,60  | - | -                      |
| Cl                           | 0,063    | -     | 0,022 | -                 | unter 0,01 | unter 0,01 | -              | -     | - | 91,70                  |
| U HW cal/kg                  | 8693     | -     | -     | -                 | 9369       | -          | -              | -     | - | -                      |
| H <sub>2</sub> O a. Rohpr. % | -        | -     | -     | -                 | -          | -          | 0,70           | 0,70  | - | -                      |
| Asche %                      | -        | -     | -     | -                 | -          | -          | 17,16          | 17,16 | - | -                      |

1) Aus Tank 1 + 2 der Großapparat

2) Asche sulfathaltig

Tabelle 10a

## Elementarbilanz (korrigiert)

Zu Bilanz Nr. 2.

|                                     | C      | H     | O     | N    | S     |
|-------------------------------------|--------|-------|-------|------|-------|
| Ein: P 1214 getoppt                 | 4233,6 | 271,1 | 60,8  | 46,4 | 29,7  |
| Kat. 7509b Oh 12                    | 36,2   | 0,7   | 2,0   | 0,4  | 5,3   |
| Kat. 6709                           | -      | -     | -     | -    | 2,0   |
| Eingangsgas                         | 21,4   | 212,4 | 9,0   | -    | -     |
| Gesamteingang                       | 4291,2 | 484,2 | 71,8  | 46,8 | 37,0  |
| Aus: Benzin -135°                   | 162,4  | 24,8  | 0     | 0,7  | 0,1   |
| Benzin 135-200°                     | 99,6   | 11,5  | 3,8   | 1,0  | 0,1   |
| Mittelöl 200-325°                   | 1532,7 | 153,1 | 22,3  | 15,5 | 2,1   |
| Schweröl                            | 1536,5 | 129,4 | 13,2  | 11,9 | 5,2   |
| Abwasser <sup>1)</sup>              | 0,7    | 3,5   | 10,3  | 7,8  | 12,5  |
| Gas 1. Produkt gel.                 | 12,5   | 2,6   | -     | -    | -     |
| Ofengas                             | 422,0  | 110,6 | 13,2  | 2,1  | -     |
| Abstreifergas                       | 74,9   | 16,9  | 3,3   | 0,5  | 4,1   |
| Abschlaggas                         | 43,1   | 10,4  | 3,1   | 1,0  | 0,6   |
| 1. Wasser d. Gaswäsche              | -      | 1,1   | -     | 5,0  | -     |
| Schwefelrückstand <sup>2)</sup>     | 402,2  | 3,7   | -     | 1,3  | 12,3  |
| Schwefelwasser <sup>3)</sup>        | -      | 0,3   | 3,0   | -    | -     |
| Schwefelgas                         | 4,6    | 11,3  | -     | -    | -     |
| Gesamtausgang                       | 4291,2 | 484,2 | 71,8  | 46,8 | 37,0  |
| Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz | 95,3   | -     | 116,3 | 86,1 | 100,3 |

- 1) Phenolgehalt zu 0,37% angenommen wie bei der Verarbeitung von P 1094 getoppt auf Schweröl.  
 2) Analysen der Bilanz 5, da keine Elementaranalyse ausgeführt wurde.  
 3) geschätzt.

Tabelle 10b

## Elementarbilanz (korrigiert)

Zu Bilanz Nr. 5.

|                                     | C      | H     | O     | N    | S    | Cl   |
|-------------------------------------|--------|-------|-------|------|------|------|
| Ein: P 1416 getoppt                 | 4044,2 | 258,8 | 58,0  | 44,3 | 28,3 | 0,8  |
| Kat. 5475                           | 19,3   | 0,4   | 5,3   | 0,3  | 5,0  | -    |
| Kat. 6709                           | -      | -     | -     | -    | 3,7  | -    |
| Eingangsgas                         | 20,2   | 229,0 | 6,9   | -    | -    | -    |
| Gesamteingang                       | 4083,7 | 488,2 | 70,2  | 44,6 | 37,0 | 0,8  |
| Aus: Benzin -135°                   | 130,1  | 19,7  | 0     | 0,2  | 0    | -    |
| Benzin 135-200°                     | 115,0  | 13,5  | 2,4   | 1,0  | 0,1  | -    |
| Mittelöl 200-325°                   | 1707,4 | 171,7 | 5,7   | 14,9 | 1,6  | -    |
| Schweröl über 325°                  | 1404,4 | 118,6 | 15,0  | 9,2  | 4,5  | -    |
| Abwasser <sup>2)</sup>              | 2,2    | 3,9   | 17,1  | 7,5  | 12,0 | -    |
| 1. Wasser d. Gaswäsche              | -      | 2,4   | -     | 8,0  | 11,4 | -    |
| Gas 1. Produkt gelöst               | 18,3   | 3,9   | -     | -    | -    | -    |
| Ofengas                             | 439,8  | 112,0 | 16,8  | 0,7  | -    | -    |
| Abstreifergas                       | 107,8  | 24,8  | 1,0   | 1,7  | 3,4  | -    |
| Abschlaggas                         | 45,8   | 11,3  | 1,8   | 1,1  | -    | -    |
| Schwefelrückstand <sup>1)</sup>     | -      | 2,4   | -     | 0,2  | 4,0  | 0,8  |
| Schwefelwasser <sup>1)</sup>        | -      | -     | 0,8   | -    | -    | -    |
| Schwefelgas                         | 1,4    | 4,0   | -     | -    | -    | -    |
| Gesamtausgang                       | 4083,7 | 488,2 | 70,2  | 44,6 | 37,0 | 0,8  |
| Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz | 98,7   | -     | 100,8 | 82,3 | 69,6 | 80,0 |

- 1) geschätzt.  
 2) Phenolgehalt zu 0,37% angenommen wie bei der Verarbeitung von P 1094 auf Schweröl.

Tabelle 10c

## Chlorbilanz

zu Bilanz Nr. 7

|                                   | Cl   |
|-----------------------------------|------|
| Ein: Frischöl                     | 1,1  |
| CO <sub>2</sub>                   | 38,5 |
| Gesamteingang                     | 39,6 |
| Aus: Abwasser                     | 2,2  |
| Schwefelrückstand                 | 2,5  |
| Durch Bestimmungen erfaster Ausg. | 4,7  |
| Aus / Ein                         | 11,9 |

## Anhang zu den Tabellen 10.

## Korrektur der Elementarbilanzen.

Die C-Bilanzen wurden durch gleichmäßige Verminderung sämtlicher Eingangsdaten abgestimmt.

Die O-Bilanzen wurden durch Änderung des Abwassers berichtigt. Zur Korrektur der H-Bilanzen wird angenommen, daß der fehlende Stickstoff als NH<sub>3</sub> in Wasser der Gaswäsche enthalten war.

Der in Bilanz 5 im Ausgang fehlende Schwefel ist vermutlich als H<sub>2</sub>S gleichfalls durch die Gaswäsche entfernt worden. Dagegen wurde die recht gut stimmende S-Bilanz 2 durch Änderung des S-Gehaltes in Schwefelrückstand, für die keine eigene Analyse vorliegt, berichtigt.

Tabella 11.

Verteilung des als KV verkauften C.

| Bilanz Nr.                | 2    | 5    |
|---------------------------|------|------|
| als C <sub>1</sub> - KV % | 24,1 | 22,2 |
| " C <sub>2</sub> - " %    | 24,3 | 24,5 |
| " C <sub>3</sub> - " %    | 31,0 | 30,2 |
| " C <sub>4</sub> - " %    | 20,6 | 23,1 |

Gehalt an Unversäffelten.

| Bilanz Nr.                             | 2    | 5   |
|----------------------------------------|------|-----|
| C <sub>2</sub> - KV %                  | 2,2  | 1,9 |
| C <sub>3</sub> - " %                   | 1,7  | 1,8 |
| C <sub>4</sub> - " %                   | 1,27 | 3,5 |
| C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub> - KV % | 1,3  | 1,8 |

Tabella 12

1ao - Butan Gehalt.

% v. Gesamtbutan

| Bilanz Nr.         | 2      | 5   |
|--------------------|--------|-----|
| im Ofengas %       | 14,7   | 8,4 |
| " Produktgas %     | -      | 8,6 |
| " Abschlammgas %   | 16,0   | 7,0 |
| " Produkt gelöst % | 8,0    | 5,0 |
| v. Gesamtbutan %   | rd. 14 | 8,0 |

Tabelle 13

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen.  
zu Bilanz Nr. 5

|             | mg S/cbm |
|-------------|----------|
| in Ofengas  | 9,55     |
| Produktgas  | 10,53    |
| Abschlaggas | 39,08    |

Tabelle 14

Im Abwasser gelöste Stoffe.

S/kg

| Bilanzen bzw.<br>Tag 1940 | CO <sub>2</sub> | NH <sub>3</sub> | H <sub>2</sub> S | Cl     |
|---------------------------|-----------------|-----------------|------------------|--------|
| 8.9. o                    | -               | -               | -                | 0,685  |
| 1                         | 23,7            | -               | -                | 0,757  |
| 2                         | 18,09           | -               | -                | 0,085  |
| 17.9.                     | -               | -               | -                | Spuren |
| 3                         | 7,1             | -               | -                | 0,013  |
| 4                         | 8,2             | -               | -                | 0      |
| 5                         | 57,0            | 74,1            | 103,9            | Spur   |
| 6                         | 15,25           | -               | -                | 0,041  |
| 14.10. a                  | -               | -               | -                | 0,53   |
| 15.10. o                  | -               | -               | -                | 2,59   |
| 7                         | 60,9            | -               | -                | 15,9   |
| 17.10. a                  | -               | -               | -                | 3,6    |

Tabelle 15

Phenolanalyse.

zu Bilanz Nr. 5

Phenole 150-250° redestilliert von Abtreiber

davon Kohlensäure

o-Kresol

p-m-Kresol

Xylenole

höhere Xylenole

1,3 %

29,2 %

12,3 %

21,6 %

20,3 %

3,9 %

Tabelle 16

Schmelzausbeuten  
im kleinen Kugelofen.

| zu Bilanz Nr.<br>Tag d. Anfalls 1940 | 1<br>8.u. 9.9. | 2<br>13.9. | 3<br>21.9. | 4<br>25.9. | 5<br>29.u. 30.9. | 6<br>3.u. 4.10. | 7<br>16.u. 17.10. |
|--------------------------------------|----------------|------------|------------|------------|------------------|-----------------|-------------------|
| 1. Abschläm % Öl                     | 72,8           | 75,3       | 79,7       | 81,5       | 76,2             | 74,0            | 78,7              |
| Asphalt: Benzolfestes                | 1:7,3          | 1:6,8      | 1:9,0      | 1:8,7      | 1:10,6           | 1:13,5          | 1:7,1             |
| Ausbeute Öl %                        | 60,6           | 60,0       | 64,5       | 60,7       | 65,0             | 62,5            | 61,9              |
| Koks %                               | 34,8           | 38,4       | 34,8       | 37,2       | 32,5             | 35,0            | 36,7              |
| Gas+Verlust %                        | 4,6            | 1,6        | 1,3        | 2,1        | 2,5              | 2,5             | 1,4               |
| Schmelöl auf Öl des<br>Abschlams %   | 83,3           | 79,7       | 81,0       | 74,5       | 85,3             | 84,3            | 78,7              |

Tabelle 17

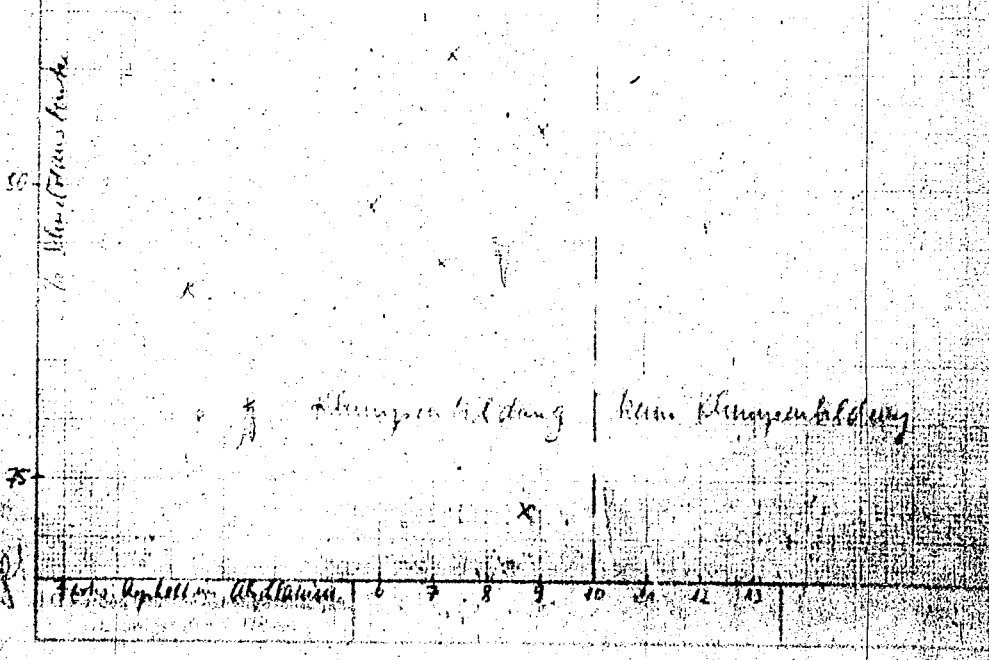
Asphaltzerlegung des Frischöls.

|               |        |
|---------------|--------|
| Festes        | 15,4 % |
| von Lösliehen |        |
| Öl + Ölharz   | 91,3 % |
| Asphaltharz   | 6,6 %  |
| Hartasphalt   | 2,1 %  |

Asphaltzerlegung

Asphaltzerlegung

in Abhängigkeit von der Temperatur der Abdampfung



(21)

Stand der Versuche Kammern 804 am 4.5.42.

Erzeugung von Primärbitumen bei 700 atm.

Zusammenfassung.

Der Versuch, schlesische Kohle bei 700 atm auf Primärbitumen zu verarbeiten, zeigte, daß für das Fahren mit geringen Gasmengen Kapazitätsöfen in halbertechnischen Maßstab wegen zu geringer Strömungsgeschwindigkeiten schlecht geeignet sind.

Mit Reinkohledurchsatz 0,86 und 1,63 m<sup>3</sup> Gas/kg Reinkohle wurde eine Leistung von 0,49 an saeffreiem Bitumen und genügende Mittelölneubildung erreicht.

Infolge der zu hohen Gasmenge war die Filterleistung schlechter als beim 300 atm-Versuch.

Die Verarbeitung des Anfalls auf saeffhaltiges Bitumen (Brikettiermittel) gab eine Brikettiermittelleistung von 0,71.

Ein kurzer Versuch bei 500 und 700 atm, bei dem wie beim 300 atm-Versuch 1) ein Kapazitätsofen (850/600, 12 m lang, Inhalt 955 Ltr.) verwendet worden war, hatte gezeigt, daß dieser Ofen bei der geringen Strömungsgeschwindigkeit, welche durch die kleine Gasmenge insbesondere bei höheren Drucken bedingt ist, schlecht für das Verfahren geeignet war.

Es wurde deshalb für den 700 atm-Versuch der Kapazitätsofen durch ein System aus 4 Öfen ersetzt. Die Öfen hatten folgende Abmessungen:

|          |                                  |                             |
|----------|----------------------------------|-----------------------------|
| Ofen I : | 160 li. Ø, 8 m lang, 97 Ltr.     | } Gesamtvolumen<br>716 Ltr. |
| " II :   | 160 li. Ø, 8 m lang, 97 Ltr.     |                             |
| " III :  | 120 li. Ø, 13,2 m lang, 140 Ltr. |                             |
| " IV :   | 850/600 mm, 8 m lang, 382 Ltr.   |                             |

Die Öfen I bis III haben verhältnismäßig enge Querschnitte, in denen bei Durchsatz 1,0 bezogen auf Gesamtreaktionsvolumen ähnliche Strömungsgeschwindigkeiten herrschen wie bei einer Vierfachkammer des Großbetriebes. Der Ofen IV ist ein Kapazitätsofen, in dem durch ein eingebauten Rohr ein Umlauf im Ofen und damit erhöhte Strömungsgeschwindigkeit bewirkt werden sollte. Da bei der geringen Wärmetönung der Reaktion ein Anspringen auch des 3. und 4. Ofens zu gewährleisten war der 3. Ofen mit Heizmanteln umgeben und zwischen Ofen 3 und 4 ein elektrischer Vorheizer geschaltet. Der Hauptvorheizer war geschaltet hinter dem Ofen IV war wie bei den 300 atm-Versuch ein Breitzgenerale

1) siehe Zusammenstellung Sussenguth-Rank v. 12.III.42.



geschaltet. Die sonstige Anordnung der Apparatur wurde vom 300 atm-Versuch unverändert übernommen.

Die Kammer wurde am 16.4.42 bei 700 atm mit 1 900 kg Brei-durchsatz und 500 m<sup>3</sup> Gas angefahren. Der Brei bestand aus 34 % Treckenkohle (+ 1,8 % FeSO<sub>4</sub> · 7 H<sub>2</sub>O), 44 % Mittelöl und 20 % Rück-führasche. Der Reinkohledurchsatz betrug 0,9, die Gesamtfeste-konzentration im Brei 39 - 40 %, die Reinkohlekonzentration 34 %, die Gasseuge 0,78 m<sup>3</sup> Gas/kg Kohle. Beim Anfahren zeigte sich, daß die Reaktion im wesentlichen im IV. Ofen (Kapazitätsofen mit Um-lauf) auftritt. Schon bei 24 MV war der 4. Ofen stark unruhig, was schließlich zu einem lokalen Durchgehen des inneren Ofenteiles (innerhalb des Kinstarohres) auf ca. 50 MV führte. Nach Umstellen auf Antriebsöl wurde von neuem angefahren und zwar diesmal mit er-höhter Gasseuge (1000 m<sup>3</sup> statt 500 m<sup>3</sup>), mit der Absicht, bei ruhi-gerer Ofenlage im Interesse der Filtration mit dem Gas wieder su-rückzugehen. Da der anfängliche angefallene Abschlam nicht besonders gut filtrierbar war, wurde außerdem der Breidurchsatz auf 1 700 kg zurückgenommen, sodas folgenden Bedingungen resultierten: Reinkohledurchsatz 0,86, 1,63 m<sup>3</sup> Gas/kg Kohle. Die Temperaturlage in IV. Ofen war im Laufe der Fahrperiode wohl infolge stattgefun-dener Koksbildung beim vorangegangenen Durchgehen des Ofens schlecht, die Elemente des Außenraumes lagen bis 40° tiefer als der Innen-raum. Nach kurzer Zeit legte sich die Temperatur im Ofen gleich-mäßig, sodas von Abstellung und Ausbau vorerst abgesehen wurde. Die Temperaturen in Ofensystem ließen sich schließlich folgender-maßen ruhig legen:

|        |         |                 |
|--------|---------|-----------------|
| Ofen I | maximal | 25,0 MV         |
| • II   | •       | 25,0 •          |
| • III  | •       | 25,0 •          |
| • IV   | •       | 24,6 - 24,7 MV. |

Bei dieser Temperaturlage wurde praktisch kein Kalkgas oder Kalzium verbrannt. Versuchs, den Ofen IV bei 1000 m<sup>3</sup> Gas höher als 24,7 MV zu legen, scheiterten, da dieser dann Hochgehen der Außenraumtem-peraturen zeigte. Die Temperaturen des Ofens IV waren sehr empfind-lich auf Gaseinwirkungen. Wohl infolge Verkokung treten öfters ohne besondere Ursachen Abfallen einiger Thermo-Elemente auf. Am Schluß der Fahrperiode fielen schließlich die Elemente im Innen-raum des Ofens IV bis 50° unter die Temperatur des Außenraumes, woraus geschlossen wurde, daß der Ofen nur mehr teilweise Durchgang hatte.

Die Temperaturlage in den Ofen I, II, III machte keinerlei Schwierigkeiten. Im Gegensatz zur Fahrweise mit 500 m<sup>3</sup> Gas lag die Hauptreaktion bei Anwendung von 1000 m<sup>3</sup> Gas in 2. Ofen. Der 3. Ofen mußte aufgehört werden, der elektrische Verbraucher zwischen 3. und 4. Ofen mußte mit geringer Energie belastet werden, um den Ofen IV auf Temperatur zu halten.

Die Kammer wurde in der Nacht zum 1.5.42 wegen Undichtigkeiten an den Abschlamventilen auf Antriebsöl umgestellt und anschließend normal kaltgefahren. Während der ganzen Fahrperiode wurde ständiger hoher Verschleiß der Abschlamventile beobachtet. Die Untersuchung, ob dieser Zustand auf besonders ungünstige Abschlammeigenschaften zurückzuführen ist, ist zur Zeit noch in Gange.

Schwierigkeiten bei der Breiregeneration traten im Lauf der Fahrperiode nicht auf.

Die Abstellung der Kammer wurde zur Auswechslung des offenbar zum Teil verkokten Ofens IV benutzt, dessen Ausbaurgebnis jedoch noch nicht vorliegt. An Stelle des Kapazitätsofens wurde ein klein-erer Ofen mit engerem Querschnitt (wie die Ofen I und II) eingebaut. Das Reaktionsvolumen der Kammer wird damit von 716 ltr. auf ca. 490 ltr. verkleinert. Außerdem wird die Möglichkeit vorgesehen, an Stelle von Kalkgas kontinuierlich Kalzium in die Ofen einzu-spritzen.

Billemäßig liegen über die Fahrperiode bei 700 atm bis jetzt nur Vorversuche vor. In der Haupttabelle I sind diese Ergeb-nisse den Ergebnissen des 300 atm-Versuches gegenübergestellt.

Nachstehend folgen die wichtigsten Zahlen aus der Haupttabel-

|                                    |         |         |
|------------------------------------|---------|---------|
| Bruch                              | 700     | 300     |
| Temperatur                         | 24,7 MV | 25,5 MV |
| Reinkohledurchsatz                 | 0,86    | 0,44    |
| m <sup>3</sup> Gas/kg Reinkohle    | 1,63    | 0,91    |
| Abbau                              | 91,2 %  | 85,5 %  |
| Aus 1000 kg Reinkohle              |         |         |
| wurden erhalten:                   |         |         |
| kg Benzol                          | 36      | 32      |
| kg Mittelöl                        | 129     | 19      |
| kg aschefreies Bitumen             | 571     | 636     |
| Bitumenleistung                    | 0,49    | 0,28    |
| Filterleistung kg/h/m <sup>2</sup> | 80      | 400     |

Bei 24,7 MV und 700 atm wurde ungefähr die doppelte Menge Reinkohle auf gleiches Reaktionsvolumen durchgesetzt als bei 300 atm und 25,5 MV. Der Abbau betrug bei 300 atm 85,5 %, bei 700 atm 91,2 %. Bezogen auf Reinkohle ist bei 700 atm die Bitumen-leistung entsprechend höherer Spaltung schlechter als bei 300 atm, auf Reaktionsvolumen bezogen liegt die Ausbeute bei 700 atm mit 0,49 kg/h wesentlich höher als bei 300 atm (0,28). Gleichzeitig geht damit eine starke Mittelölbildung ein: 129 kg/1000 kg Reinkohle gegen 19 kg/1000 kg Reinkohle bei 300 atm. Infolge der hohen Ringungszunahme war die Filterleistung bei 700 atm nur etwa 20% der Filterleistung bei 300 atm.

Bei der Verarbeitung des Anfalls auf aschehaltiges Bitumen (Brikettiermittel) wurde bei 700 atm eine Leistung von 0,72 erzielt gegen 0,44 bei 300 atm. Während bei 300 atm der Prozess bei einem Bruchdruckpunkt des Brikettiermittels zwischen 70 und 80° nicht genügend Brikettiermittel lieferte, fiel bei 700 atm die nötige Mittelmenge an.

In der Kurventafel II ist die Filtrationszeit (Laborfiltration 500 g) mit den Temperaturen der Ofen und wichtigen Abschlammeigenschaften zum Vergleich gesetzt. Es ist zu erkennen, daß Temperaturerhöhung zugleich mit Verminderung des Abschlamfesten, Erhöhung des Mittelölgehaltes und Verminderung des Asphaltes starke Verbesserung der Filtrierzeit hervorruft.

Tabelle 3.

232

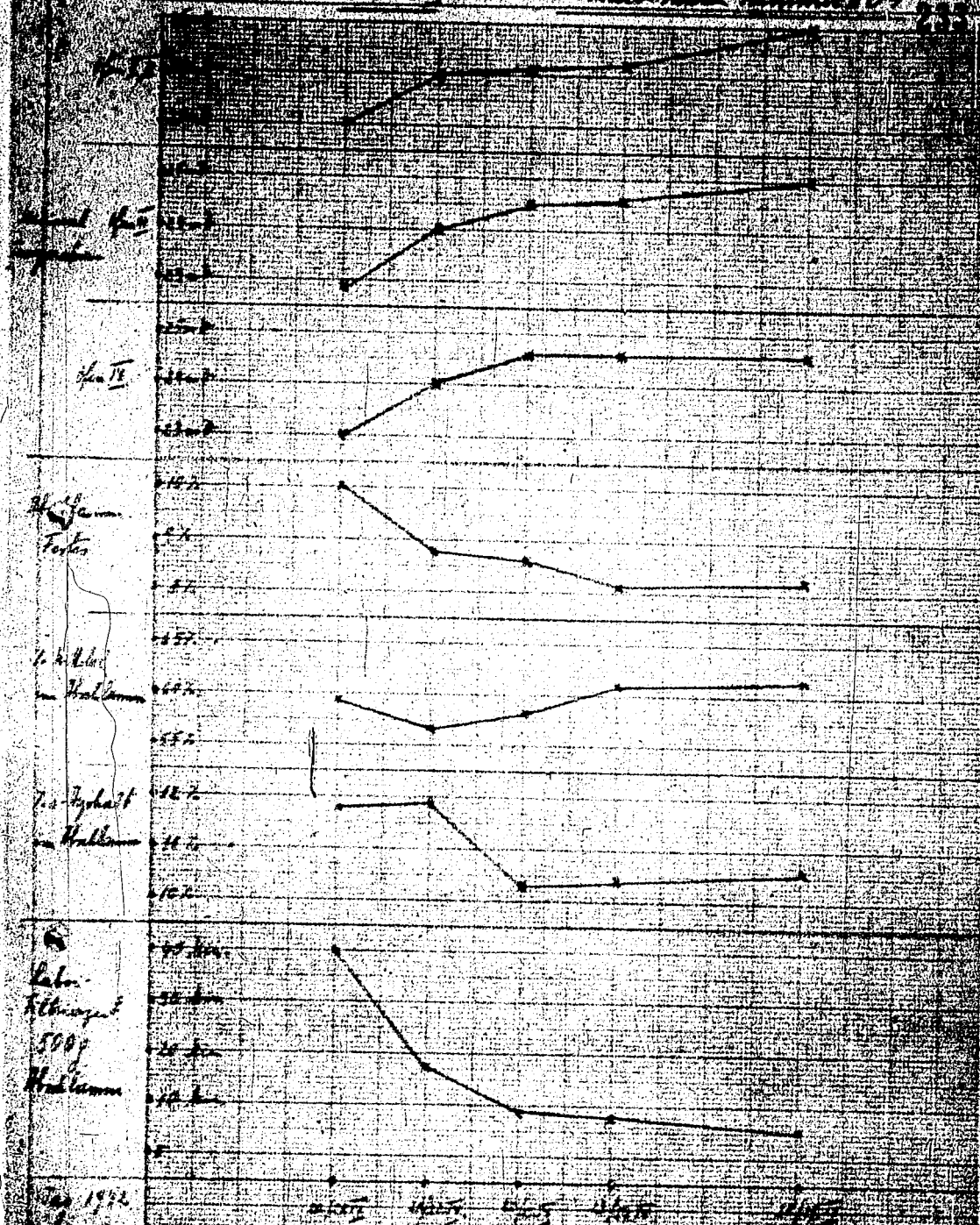
Fahren von schlesischer Kohle (Brixton + Brixton 1:1 auf Primärbitumen.

| Silberstag                                                      | 23./24.IV.42                                   | 9./14./17.II.43                                |
|-----------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| <b>Prozentsatz:</b>                                             |                                                |                                                |
| Gesamtdruck atm                                                 | 700                                            | 300                                            |
| Hg-Partialdruck atm                                             | 512                                            | 274                                            |
| Temperaturen: Ofen I maximal IV                                 | 24,7                                           | 27                                             |
| " II                                                            | 24,7                                           | —                                              |
| " III                                                           | 24,7                                           | —                                              |
| " IV                                                            | 24,6                                           | —                                              |
| Katalysator                                                     | 1,2% $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 1,2% $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ |
| Breienreibung: % Kohle + Kat.                                   | 38,4                                           | 36                                             |
| % Mittelöl                                                      | 42,4                                           | 44                                             |
| % Schmelz. Abschleim                                            | 19,2                                           | 20                                             |
| % Gesamtfestes im Brei                                          | 40,0                                           | 39                                             |
| % Reinkohle im Brei                                             | 36,2                                           | 37,8                                           |
| % Abschleimrückf./Trockenkohle                                  | 50                                             | 57                                             |
| m) Hingegasse/kg Reinkohle                                      | 1,63                                           | 0,91                                           |
| m) Kaltgas/kg Reinkohle                                         | —                                              | 0,33                                           |
| Breidurchsatz                                                   | 2,36                                           | 1,30                                           |
| Reinkohledurchsatz                                              | 0,86                                           | 0,44                                           |
| <b>Verfahrensergebnisse:</b>                                    |                                                |                                                |
| Kohlengewinn                                                    | 101,5                                          | 100                                            |
| % Abbau                                                         | 91,2                                           | 85,3                                           |
| Hochdruckölgeinn / Reinkohle                                    | 75,3                                           | 68,4                                           |
| Zusammensetzung des Hochdruckölgeinnes:                         |                                                |                                                |
| % Benzol                                                        | 4,8                                            | 4,7                                            |
| % Mittelöl - 325°                                               | 12,9                                           | 4,0                                            |
| % Bitumen (aschfrei)                                            | 82,3                                           | 91,3                                           |
| % Bitumen (Hochdruckölgeinn) / Reinkohle                        | 62,0                                           | 62,5                                           |
| % G-Verhältnis                                                  | aschfrei 7-25                                  | 8,5                                            |
| <b>Abschleimungsarbeiten:</b>                                   |                                                |                                                |
| % Festes (Mittelöl)                                             | 8,1                                            | 10,6                                           |
| % Festes (Benzol)                                               | 11,4                                           | 20,3                                           |
| % Asche im Mittelölresten                                       | 40,1                                           | 23,8                                           |
| % G-Gehalt im benzollöslichen Öl                                | 11,8                                           | 9,6                                            |
| % - 200°                                                        | 60,6                                           | 63,6                                           |
| % - 325°                                                        | 68,8                                           | 70,3                                           |
| <b>Praktischer Ölgeinn:</b>                                     |                                                |                                                |
| a) aschfreies Bitumen 1) kg Benzol - 200°                       | 36                                             | 32                                             |
| aus 1000 kg Reinkohle                                           | 129                                            | 19                                             |
| Mittelöl - 325°                                                 | 271                                            | 636                                            |
| aschfr. Bitumen                                                 | 0,03                                           | 0,01                                           |
| Leistung: Benzol                                                | 0,11                                           | 0,01                                           |
| Mittelöl                                                        | 0,49                                           | 0,28                                           |
| aschfreies Bitumen                                              | 0,63                                           | 0,30                                           |
| Gesamtleistung:                                                 |                                                |                                                |
| b) aschhaltiges Bitumen (Brikkettiermittel mit Erw.Pkt. 70-80°) |                                                |                                                |
| aus 1000 kg Reinkohle: kg Benzol - 200°                         | 36                                             | 32                                             |
| Mittelöl - 325°                                                 | 39                                             | -153                                           |
| Brikkettiermittel                                               | 832                                            | 997                                            |
| Leistung: Benzol                                                | 0,03                                           | 0,01                                           |
| Mittelöl                                                        | 0,03                                           | -0,06                                          |
| Brikkettiermittel                                               | 0,71                                           | 0,44                                           |
| Gesamtleistung:                                                 | 0,77                                           | 0,39                                           |
| <b>Filtration des Abschleims:</b>                               |                                                |                                                |
| Verdünnung:                                                     | 50% Mittelöl                                   | 25% Mittelöl                                   |
| Filterleistung kg/h/m <sup>2</sup> (Korea)                      | 80                                             | 40                                             |

1) Ohne Berücksichtigung der Filtrationsverluste.

**TALLER**

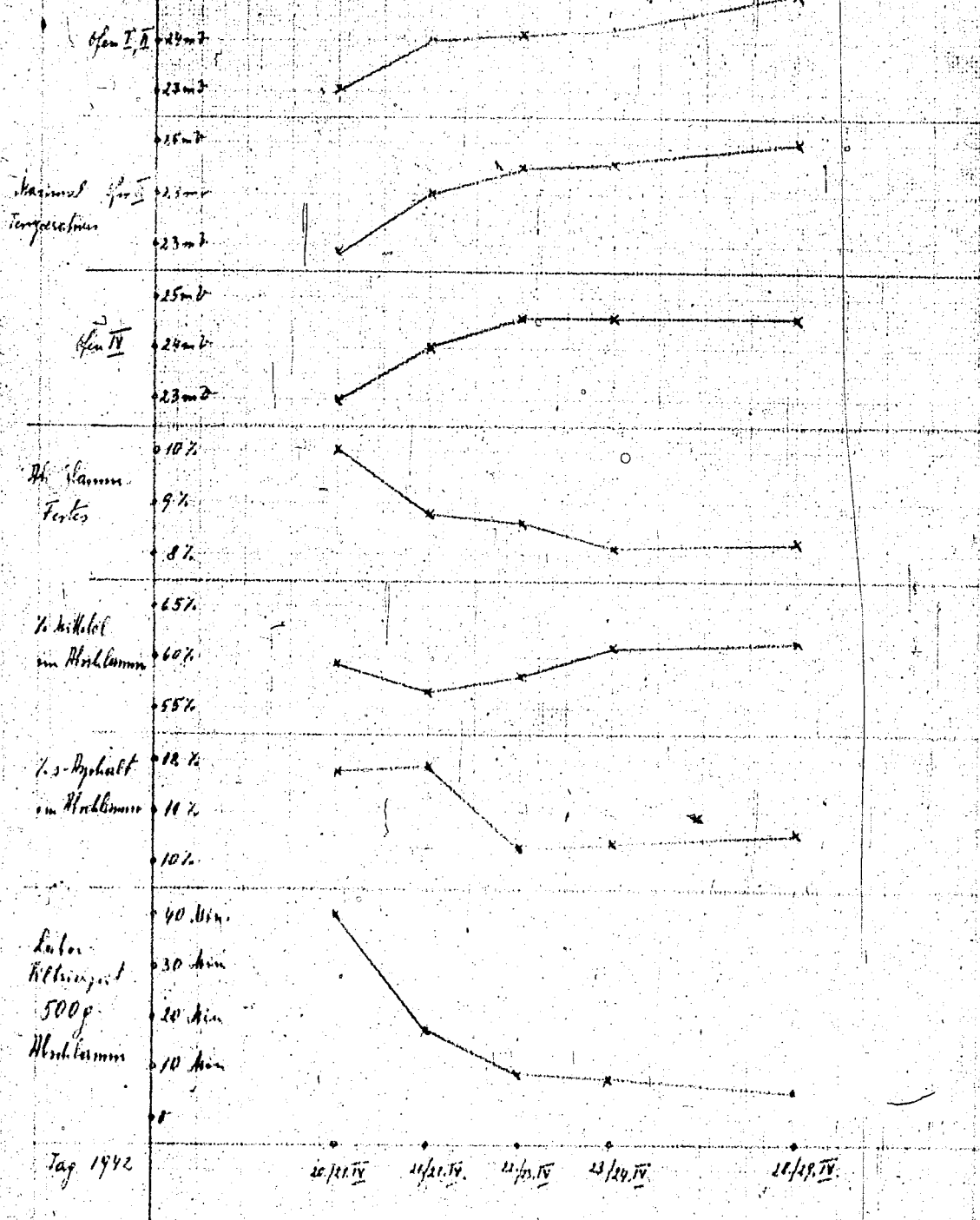
Primärlitane Nummer 104



Black, Bushell, 1866, 1/13 - 1/14

Tabell II

Temperaturkammer 804 234



780 atm, Rinderkohlensauerstoff 0,86, 1,63 m<sup>3</sup> Gas/kg Rinderkohl.

TITLE PAGE

22. Der derzeitige Stand der Kohlenwasserstoffsynthese nach der Schaumfahweise. (16.5.1942).  
The position to date of the hydrocarbon synthesis, according to the emulsion method. 16.5.1942.

Frans Nos. 235 - 241

235

Rechnungsnummer 235

16. Mai 1942. HJ/Ls.

22

Der derzeitige Stand der Kohlenwasserstoffsynthese nach der Schaumfahweise (16.5.42)

Die Schaumfahweise hat in Versuch mit einem 1,5 cm-Ofen bei einem technischen Schmelzgrad mehr gezeigt. Es lässt sich nunmehr eine Steigerung feststellen. Es kann kein Zweifel bestehen, dass auch in einem geschlossenen System, als welche ein 40-50 cm-Ofen angesehen wird, das gleiche Ergebnis erzielt wird.

Die wesentlichen Teile eines Apparats sind (s. Abbildung) ein oberer und ein unterer Reaktor, der in einem unteren Reaktor einen oder mehrere Reaktoren oder -kammern enthält, ein Ansaugrohr, ein Rohrer zur Abkühlung der Reaktionsmischung und eine Dampfabfuhr. Diese Teile sind im geschlossenen Kreis angeordnet. Der Ofen ist mit einem Dampf gefüllt, der die bei der Reaktion entstehenden Kohlenwasserstoffe aufnimmt und in dem der Reaktor in Reaktor form verteilt ist. Das Gas wird von unten durch den Reaktor in einem Reaktor in Reaktor in Reaktor verteilt. Durch die Reaktor wird der Dampf von unten nach oben durch den Ofen geführt, um den Reaktor des Reaktors zu verhindern. In Ansaugrohr weist sich das Gas nach oben, das dann durch den Rohrer wieder unten in den Ofen zurückkehrt. Das Gas durch Reaktor verbleibende Dampf verbleibt durch den Rohrer, der eine Steigerung von Kontakt und Dampf durch Abkühlung bewirkt, den Ansaugrohr.

Als Schaumfahweise haben sich Chemikersteine bewährt. Für einen Ofen von 8 m Höhe, wie ihn der 1,5 cm-Ofen darstellt, haben sich Reaktorsteine von 0,2 mm bis zu 0,5 mm, welche von 0,1 mm bis zu 0,5 mm sind. Es sind Steine kleiner von 0,1 mm Reaktorsteine bewährt, deren Reaktorsteine allerdings durch die Reaktorsteine in Frage gestellt ist.

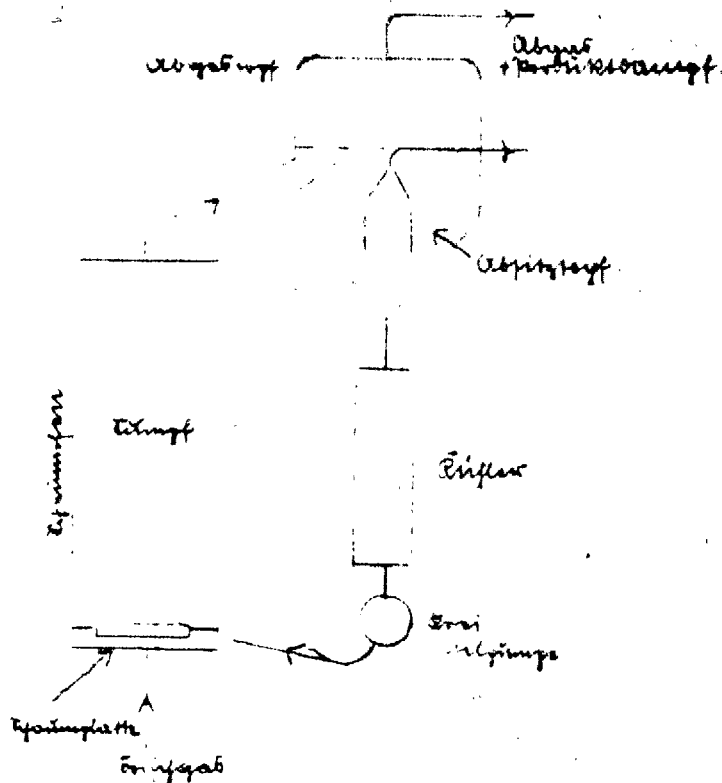
Die Frage, ob eine Ofenhöhe von etwa 8 m richtig ist oder ob man besser zu kleineren Höhen z.B. 4 m übergehen sollte, kann in Ansaugrohr noch nicht beantwortet werden. Bei 230 werden in 8 m hohen Ofen bis jetzt Reaktorsteine von 0,1, in 3 m hohen 10 kg.-Ofen welche von 0,5 erreicht. In 8 m-Ofen Reaktorsteine allerdings bis jetzt aus Reaktorsteine die optimalen Bedingungen der Reaktorsteine Ofen noch nicht einhalten werden. Reaktorsteine besteht aus Reaktorsteine und Reaktorsteine, andererseits Reaktorsteine Reaktorsteine und Reaktorsteine ein Reaktorsteine, in großer Reaktorsteine Reaktorsteine als Reaktorsteine. Die Frage wird durch Versuche in einer Reaktorsteine 8 m hohen 900 kg.-Ofen behandelt werden.

Verlauf der Fahrgänge.

Der Ofen war bisher 16 Wochen in Betrieb. Soweit er sich durch Reaktorsteine bewährt wurde, war dies immer freiwillig geschehen, um Verbesserung oder Änderungen vorzunehmen, wie aber infolge Umwandlung des Ofens. Der Ofen wurde bei 230 und 270 gefahren. Als Unterschied gegen die kleinen Ofen zeigte sich, dass immer weniger Paraffin als bei den kleinen Ofen.

220791

- 2 -



Der Unterschied in den Produkten beim Fahren im Reinen und Grosse ist bis heute noch nicht ganz geklärt. Die Verhältnisse des Fahrens sind in beiden Fällen nicht vollständig gleich, was in unserem Versuch bewirkt. Hierbei spielt die Schwerkraft und der Durchmesser eine Rolle. Möglicherweise ist auch die Länge des Ovals von Einfluss. Es ist, wird der Klärung dieser Angelegenheit erhöhte Aufmerksamkeit geschenkt.

Der Umsatz bei einmaligem Durchgang kann bis zu 95 % getrieben werden. Der Kohlenstoffgehalt im Ausgang kommt dann auf die 60 % heran. Durchschnittlich ist es jedoch, geringere Kohlenstoffgehalte zu erhalten und sich mit geringeren Umsatz z.B. 75 % zu begnügen. Die absoluten Leistungen steigen es beträchtlich. Nach Auswertung der Kohlenstoffe lässt sich das Auszugehen, da die Verwertung in Form von Methan und Ethan je nicht gross ist, wieder in Freiland



- 3 -

in den Ofen zurückführen. Man erreicht so leicht einen Gesamtumsatz von reichlich über 90 %.

Als Katalysator wurde reduziertes Eisenpulver aus Carbonsyleisen mit 1 - 2 % Zinnpulver in einer Kornfeinheit von 1 - 3  $\mu$  verwendet. Das CO : H<sub>2</sub>-Verhältnis betrug 55 : 45, der Druck 20 at.

### Produktzusammensetzung.

Die genaue Bestimmung der Vergasung ist sehr schwer. Sie liegt bei 5 %.

Das verwertbare Produkt setzt sich nach den in 1,5 atm-Ofen erhaltenen Ergebnissen folgendermaßen zusammen:

|                                                                |                            |
|----------------------------------------------------------------|----------------------------|
| Gasol (C <sub>5</sub> , C <sub>6</sub> )                       | 10 % (zu 80 % ungesättigt) |
| Alkohole im Produkt-<br>wasser<br>(hauptsächlich Äthylalkohol) | 6 %                        |

Der flüssige und Festanfall (als 100 % genommen) ergab folgende Zusammensetzung:

| Synthese & Temp. | Benzine bis 200° | Mittelöl 200-350° | Paraffin<br>> 350° |
|------------------|------------------|-------------------|--------------------|
| 250°             | 49 %             | 40 %              | 11 %               |
| 260°             | 54 %             | 36 %              | 8 %                |
| 270°             | 61 %             | 31 %              | 8 %                |

Die beiden folgenden Tabellen beziehen sich auf Produkt aus dem 50 atm-Ofen. Die Zusammensetzung des Produktes aus dem 1,5 atm-Ofen unterscheidet sich davon nach vorläufigen Untersuchungen nur in der Siedekurve, nicht in der stofflichen Zusammensetzung.

Ergebnis von 20.10.1921. 250° Synthesetemperatur über 5 Liter H<sub>2</sub> bei 80°  
entsteht und gewonnen.

| Fraktion<br>Mol - Gew.<br>Anteil | 22-100°       | 100-150° | 150-200° | -100°/l mm        | -150°/l mm | -200°/l mm | -250°/l mm         | -300°  | >300°  |
|----------------------------------|---------------|----------|----------|-------------------|------------|------------|--------------------|--------|--------|
|                                  | 22 g          | 109 g    | 124 g    | 7.9 g             | 205 g      | 261 g      | 375 g              | 488 g  | 610 g  |
|                                  | 22 %          | 10.5 %   | 13.2 %   | 7.9 %             | 10.6 %     | 7.0 %      | 12.3 %             | 3.0 %  | 10.3 % |
|                                  | Benzol 45.0 % |          |          | Mittelteil 29.3 % |            |            | Nichtbenzol 25.4 % |        |        |
| Freie Alkohole                   | 6.0 %         | 9.6 %    | 17.0 %   | 16.8 %            | 12.3 %     | 0          | 0                  | 0      | 0      |
| veresterte Alkohole              | 0.03 %        | 0.2 %    | 0.5 %    | 1.0 %             | 2.0 %      | 2.5 %      | 2.5 %              | 3.4 %  | 2.0 %  |
| Gesamt-Alkohole                  | 6.0 %         | 9.8 %    | 17.5 %   | 17.8 %            | 14.3 %     | 2.5 %      | 2.5 %              | 3.4 %  | 2.0 %  |
| Aldehyde u. Ketone               | 2.5 %         | 3.8 %    | 5.1 %    | 5.1 %             | 6.0 %      | 5.8 %      | 0                  | 21.0 % | 24.8 % |
| Freie Säuren                     | 0             | 0        | 0        | 0.02              | 0.02       | 0.1        | 0.1                | 0.1    | 0.15   |
| Glykine nach Hydrier-<br>zahl    | 69 %          | 63 %     | 62 %     | 68 %              | 80.0 %     | 84.0 %     | 95 %               | 95 %   | —      |
| nach Jodzahl (Klein)             | 66 %          | 53 %     | 52 %     | 49 %              | 53 %       | 42 %       | 28 %               | 20 %   | 12 %   |
| Sauerstoffgehalt                 | 2.00 %        | 2.96 %   | 2.84 %   | 2.88 %            | 1.92 %     | 1.55 %     | 0.62 %             | 0.75 % | 0.75 % |



# **Produkt nach 20.1-für 70° Anthesenanalyse.**

Mit 96 H<sub>2</sub>O entsäuert und gemessen.

| Fraktionen<br>Anteil | - 100° |        | - 120° |        | - 200° |        | - 100°/2mm      |  | - 120°/2mm |  | - 200°/2mm |  | Endstand             |
|----------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-----------------|--|------------|--|------------|--|----------------------|
|                      | 53,4 g | 8,0 g  | 13,4 g | 11,7 g | 9,3 g  | 9,6 g  | Mittelwert 30,8 |  |            |  |            |  |                      |
| <b>Wägenwert</b>     | 95     | 118    | 118    | 167    | 215    | 278    |                 |  |            |  |            |  | 535                  |
| freie Alkohole       | 4,8 g  | 12,6 g | 13,2 g | 13,2 g | 10,4 g | 4,5 g  |                 |  |            |  |            |  | 8,9 g                |
| veresterte Alkohole  | 0,6 g  | 1,2 g  | 1,3 g  | 2,5 g  | 4,2 g  | 4,3 g  |                 |  |            |  |            |  | 6,5 g                |
| Gesamt Alkohol       | 5,4 g  | 13,8 g | 14,7 g | 15,7 g | 14,6 g | 9,4 g  |                 |  |            |  |            |  | 7,4 g                |
| Aldehyde + Ketone    | 4,1 g  | 6,0 g  | 5,2 g  | 6,5 g  | 7,6 g  | 8,5 g  |                 |  |            |  |            |  | 25,5 g <sup>1)</sup> |
| <b>Olefine</b>       |        |        |        |        |        |        |                 |  |            |  |            |  |                      |
| nach Jodzahl (Hanus) | 83 g   | 67,5 g | 62,5 g | 71,0 g | 69,5 g | 56,0 g |                 |  |            |  |            |  | 47,5 g               |
| O-Gehalt             | 2,73 g | 4,43 g | 4,14 g | 3,17 g | 3,01 g | 1,80 g |                 |  |            |  |            |  | 1,79 g               |

<sup>1)</sup> Dieser Wert ist nachgeprüft und muß offenbar anders gedeutet werden.

- 6 -

Verwertung des Benzins.Alkohole.

Das Benzin (bis 200°) wurde über Tonerde bei 300-400° von Sauerstoff befreit und über Bleisäure bei 200° mehrerffiniert. Es wurden folgende Oktanahlen erhalten:

| Synthese-Temp. | Res.O.Z. | Net.O.Z. | ISO.Z. (mit 0,09 % Pb) |
|----------------|----------|----------|------------------------|
| 220°           | 69,5     | 67,0     | 77,5                   |
| 270°           | 70       | 66       | 78,5                   |

Alkohole C<sub>6</sub> bis C<sub>11</sub>.

Durch Oxydierung lassen sich aus der Benzinfraction von 50-150° die 69 % Olefine enthalten, Alkohole C<sub>6</sub>-C<sub>11</sub> herstellen. Sie werden durch Destillation vom Restbenzin getrennt. Sie eignen sich für alle Anwendungszwecke, in denen Alkohole der Molekülgrösse C<sub>6</sub>-C<sub>11</sub> gebraucht werden.

3 kg Benzin der Fraction 50-150° liefert:

600 g Alkohole C<sub>6</sub> + C<sub>11</sub>  
 200 g " " C<sub>7</sub> + C<sub>8</sub>  
 530 g Restbenzin.

Verwertung des Mittels.Herstellung von Vordruckmitteln (Salzen).

Die Anwesenheit von tertiärem C an der Doppelbindung führt bei der Sulfierung zu Verlusten durch Polymerisation und Alkylierung. Es ist deshalb eine vorherige Isomerisation nötig. Mit verdünnter Schwefelsäure lassen sich aus dem Mittelöl die Alkohole sowie die Olefine mit tertiärem C an der Doppelbindung abtrennen. Das Restöl eignet sich zur Sulfierung. Ausbeuteumsatz lag aber diese Methode noch nicht befriedigend, da hiermit nur 40 % des ursprünglichen Mittels als Salzen erhalten werden. Es wurden Versuche im Zusammenhang gemacht, durch Änderung der Fahrweise eine Raffination zu erbringen.

Verwendung zu Schmierölen.

Aus dem Mittelöl lässt sich durch Einwirkung von AlCl<sub>3</sub> ein Anteschmieröl gewinnen, das einen Viskositätsindex von 109 hat. Die Ausbeute beträgt etwa 40 %.

- 7 -

- 7 -

Alkohole.

Durch Oxydation des Mittels lässt sich ein 100-Prozentiger Anteschmieröl aus allen Anforderungen entsprechendes Produkt herstellen.

Alkohole.

Durch katalytisches Reducieren lässt sich ein chloriertes Spaltöl gewinnen, das sich mit Anteschmieröl mischen lässt. Wenn es katalytisch alkyliert wird, lässt sich das chlorierte Anteschmieröl durch Destillation vom Restbenzin trennen. Das so erhaltene Alkyliertes hat, bei 100° abgemessen, eine H. Oktanahl von 94 mit 0,11 % Blei von 100. Die Ausbeuten sind aber nicht befriedigend.

Verwertung des Mittels.Verwertung zu chlorierten Mitteln.

Durch katalytisches Reducieren lassen sich 70 Gew.-% Mittelöl mit einem Chlorgehalt von 24,70 % erhalten, das sich an den gleichen Bedingungen wie das Chloralkoholöl verwenden lässt. Der Rest besteht aus 25 % aus Benzin und 5 % aus Gas und Gasöl.

Verwertung des Mittels.

Wird das Mittelöl alkyliert, so kann daraus nach der Methode von Christmann Chloralkohol in einer Ausbeute von 50 % hergestellt werden. Der Rest setzt sich folgendermaßen zusammen: 5 % unversäuerter Isopren, 25 % Spindelöl, 20 % Mittelöl.

gen. Mittel.

TITLE PAGE

23. Stand der Katalysatorentwicklung. Gasphasenkatalysatoren.  
Current status of catalysts. Gas phase  
catalysts. 6.1.1942.

Frame Nos. 242 - 243

6. Januar 1942/Si

23

### Stand der Kontaktentwicklung

#### Gasphasenkontakte

1.) Vorhydrierung: Als Ersatz für 5038 wird s. St. in technischen Ausmaß (ca 25 Mote.) der Kontakt 7846 W 250 im Bau Ia 35 in Behelfsapparaturen hergestellt. Der Kontakt hat ein Schüttgewicht von ca 1,0 und enthält 250 kg  $WO_3$ , in 1 ohm Kontakt neben 45 kg  $SiO_2$ ; der Rest 650 - 700 kg besteht aus aktiver Ionerde. Als Ausgangsstoffe dienen Aluminiumsulfat techn. (15%  $Al_2O_3$  - Gehalt) von Giulini, Gelberde (Bitterfeld) und  $NiCO_3$ . Die aktive Ionerde wird in Ia 35 nach eigenem Verfahren hergestellt und in 10 mm Pillen nach dem Aktivieren (400 - 450 °) mit  $WO_3$  (gelöst in  $HNO_3$ ) und  $Si$  ( $NiCO_3$  in Essigsäure gelöst) getränkt und getrocknet. Darauf wird im senkrechten elektrisch beheizten Ofen mit  $H_2S$  bei 400 ° geschwefelt. Der geschwefelte Kontakt wird gut abgenießt, der ca 50 % ausmachende Abfall nochmals in Kilian - Pillenpressen gepresst und bei 400 ° nachgeschwefelt. Durch diese letzte Nachbehandlung werden die Pillen bedeutend verfestigt und zerfallen nicht mehr beim Einwerfen ins Wasser. 7846 W 250 ist bereits nach Leuna und Pölitz in Mengen von je 17 ohm geliefert. In Leuna ist der Kontakt schon eingebaut und läuft seit ca 15 Tagen störungsfrei bei 20 m V und 0,7 Durchsatz.

2.) Regenerierung: 6494 wird s. St. nur in geringen Mengen bis zu 10 Mote hergestellt, da genügend Kontakt auf Lager liegt und Kontaktfabrik Pölitz die Herstellung dieses Kontaktes probenweise aufheben soll.

Versuche zur Regeneration dieses Kontaktes als solchen sind s. St. wieder aufgenommen, da die  $WO_3$  Gewinnung in Bitterfeld wegen dem hohen Gehalt von  $SiO_2$  mit nur schlechter Ausbeute (ca 60 %) verläuft.

3.) Amalgamierung: 7019 wird s. St. nicht hergestellt, da es nicht mehr die Hydrierkammer 7019-Chamere  
nicht mehr vorhanden ist.

Laberversuche zur Herstellung von 7019 gehen weiter.

4.) EDD - Kontakt 7360 (  $\text{MoO}_3$  auf akt. Tonerde aus Oppau )

wird mit ca 30 t/Monat weiter hergestellt. Die Festigkeit der Kbrnung ist noch mangelhaft. Die Versuche zur Verarbeitung der Tonerde über die Strangpresse haben in Oppau noch nicht zum Erfolg geführt.

Die Herstellung der gepillten Tonerde nach eigenen Verfahren für 7360 ist in der neuen Kontaktfabrik Oppau 802 vorgesehen. Die in La 35 erzeugte Tonerde wird ganz für den Vorhydrierungskontakt gebraucht.

Die Regeneration des verbrauchten 7360 auf  $\text{MoO}_3$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wird durch Dr. Wittmann bearbeitet und kann jetzt im technischen Maßstab ausprobiert werden.

5.) Katalytisches Kracken. Der für das katalytische Kracken auch in 50 l- Ofen geprüfte und für gut befundene  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$  - Kontakt ( ca 35 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ca 65 %  $\text{SiO}_2$  ) ist im Laboratorium in Mengen von 200 Liter hergestellt worden. Die technische Herstellung ist der Herstellung von aktiver Tonerde sehr ähnlich, so dass die Herstellung sich praktisch in der gleichen Apparatur durchführen lassen wird.

gez. v. Fünser

TITLE PAGE

24. Stand der Synthesölversuche.  
Position with regard to synthetic oil experiments.  
6.1.1942.

Frans Nos. 244 - 249

244

Rechnungsversuche  
In 558

6. Januar 1942 HA/Py

24

Stand der Synthesölversuche.

Die Hauptarbeit der letzten Zeit bestand in der Überführung der Schaumfahweise mit Schaumplattenöfen in einen technischen Maßstab. Zu diesem Zweck ist im Frühsommer 1941 ein Ofen mit 1,5 cbm Inhalt in Auftrag gegeben worden, der inzwischen fertig geworden ist und s.St. angefahren wird.

Mit einem kleineren Ofen ähnlicher Konstruktion mit 0,5 cbm Futervolum wurden in den vergangenen Monaten erfolgversprechende Versuche gemacht. Er ist s.St. noch in Tätigkeit.

Mit einem dritten Ofen von 100 Liter Inhalt waren erst mit einem Intensivführer anstelle der Schaumplatte Versuche gemacht worden. Es ergaben sich große technische Schwierigkeiten an der Stopfbüchse der Wärmewelle. Die Versuche wurden vorläufig abgebrochen und der Ofen auf die Schaumplattenfahweise umgestellt. Er ist kurz gefahren worden, wurde abermals aus der Kammer entfernt, um für den Tischen des inzwischen fertiggestellten 1,5 cbm-Ofens Platz zu machen. Er wird in Kammer 304 neu aufgestellt werden.

Konstruktives über die Versuchsanlagen

Jeder Versuchsofen enthält im Wesentlichen alle Bauelemente einer großtechnischen Einheit. Am Boden des Ofenraumes ist die Schaumplatte zur Gasverteilung, am Kopfe ein Ausgastopf angebracht, in dem der aufsteigende Schaum sein Gas abgibt, um durch den inneren Wärmegewinn mittels einer Pumpe wieder unten in den Ofen zurückgeführt zu werden. Im Ofen steigt der Sumpf wieder auf und wirkt dadurch der Abkühlung des Kontaktpulvers entgegen. Die Umlaufgeschwindigkeit wird aber nicht nur durch diesen Zustand bestimmt, sondern auch durch die Notwendigkeit, die Reaktionswärme, die der Sumpf aufnimmt, nach außen d.h. an ein im Umlauf angebrachtes Kühlsystem abzuführen. Will man die Erwärmung des Sumpfs auf 10° begrenzen, so muss man beispielsweise bei 250° Synthesetemperatur den Sumpf in drei Minuten umwälzen. Dabei wird durch die Kühlung die Sumpftemperatur um die gleiche Temperaturspanne gesenkt.

- 2 -

245

- 2 -

Bei unseren ähnlichen Versuchsofen, auch bei dem neuen 1,5 cbm-Ofen ist die Kühlung auf dem Ofenmantel selbst angebracht. Diese Änderung ist unerheblich, hat aber versuchs-technische Vorteile. Bei dem größeren Ofen wird als Zwischenkühlmittel Öl angewandt, das dem Ofen umgibt und durch eine Pumpe im Kreislauf durch ein Kühlsystem gepumpt wird. Beim Anfahren wird das gleiche Öl durch einen Verteiler geleitet und so allmählich der Ofen auf Temperatur gebracht.

Am Anfang zeigten sich verschiedene technische Schwierigkeiten, namentlich an den Stopfbüchsen der Sumpf-Umlaufpumpen. Der aufgeschlammte Eisenkontakt, der Oxyd und Karbid enthält, wirkte als Schleifmittel und schmierte an den Wellen. Es ist gelungen, durch eine Reihe von Massnahmen diese und andere Schwierigkeiten zu beheben, so dass statt der ursprünglichen Fahrzeiten, die sich nur nach Tagen belaufen, jetzt solche von Monaten erzielt werden. Beim 1,5 cbm-Ofen ist eine Reservepumpe eingebaut, so dass hier erwartet werden kann, dass aus technischen Gründen eine Unterbrechung überhaupt nicht eintritt.

Kontakt:

Als Kontakt wird Eisen aus Eisenrot, das seinerseits durch Verbrennen von Eisenkarbonyl erhalten wurde, verwendet. Das mit Kaliumboratlösung angefeuchtete Eisenrot wird in kleinen Stücken getrocknet, bei etwa 450° im Wasserstoffüberschuss reduziert und das erhaltene Eisen in Schweröl fein gemahlen. Die Kornfeinheit beträgt 1-5 µ.

Dieser Kontakt wird in einer Konzentration von 300-400 kg pro cbm Sumpf angewandt. Als Sumpf dient der bei der Synthese entstehende hochsiedende Anteil. Der Kontakt zeigt beim Fahren nach einem Monat noch keinen merklichen Verlust an Aktivität. Wo wir bisher einen solchen feststellten, trat er rasch ein und war durch Schwefel aus dem Gas verursacht, wie die Analyse ergab. Durch eine einwandfreie Gasreinigung lässt sich diese Störquelle ausschalten.

Ist der Kontakt durch schlechtes Gas verschwefelt worden, so lässt er sich leicht regenerieren. Er wird abgeröstet und erneut reduziert und gemahlen. Er hat dann wieder die volle ursprüngliche Aktivität. Dieser Prozess kann notfalls immer erneut wiederholt werden. Dadurch werden die Kontaktkosten bei der Schaumfahweise ausserordentlich niedrig gehalten.

- 3 -



Fahrbedingungen:

Als Druck wurde in allen Fällen 20 atm gewählt. Das Gas wurde in einer Mischung von  $\text{CO:H}_2 = 55 : 45$  angewandt. Benutzt wird Oppenauer Fall-Wassergas, wie es für die Butylfabrik geliefert wird, das durch Zumischung von CO auf die obige Zusammensetzung gebracht wird. Dieses Gas hat nur 1-2 %  $\text{H}_2$  und weniger als 1 %  $\text{CH}_4$ .

Als Fahrtemperaturen wurden 250°, 280° und 300° erprobt. Orientierende Versuche wurden auch mit anderen Temperaturen, z.B. 210° gemacht. Diese letztere Temperatur wurde wegen unzureichender Leistungen vorläufig wieder aufgegeben.

Beim Fahren unterhalb 250° vermehrt sich der Sumpf und gibt seinen Überschuss laufend ab, bei 280° hält er sich gerade und oberhalb 280° nimmt er infolge erhöhter Verdampfung ab. Er muss dann aus dem hochsiedenden Teil des übergegangenen Produktes wieder ergänzt werden.

Schaumplatten:

Sulfathaltige Schaumplatten müssen vermieden werden. Es wurden bisher Platten verwendet, die aus Quarz und Glaspulver gesintert sind und eine Porenweite von 0,1 und 0,2 mm haben. Sie haben sich im Kleinen bewährt, zeigen aber in grossen Stücken Empfindlichkeit gegen thermische Spannungen. Es soll in Zukunft Chamotteplatten benutzt werden.

Resultate im 25 Liter-Ofen:

Im 25 Liter-Ofen wurden längere Fahrperioden von vielen Wochen ohne jede Schwierigkeit erzielt. Kamen Unterbrechungen vor, so waren meistens Ursachen schuld, z.B. Undichtwerden der Pumpenstopfbüchse oder vorübergehender Schwefelgehalt des Gases. Alle diese Ursachen sind vermeidbar. Störungen aus prinzipiellen Gründen sind überhaupt nicht aufgetreten. Dies lässt sich leicht verstehen, wenn man beachtet, dass die Schwierigkeiten des Eisenkontaktes lediglich durch die in der Gasphase leicht eintretenden lokalen Übertemperaturen mit ihren katastrophalen Folgen bedingt sind, die sich aber im Sumpf grundsätzlich nicht ausbilden können. Aus der gleichen Ursache ergibt sich auch die geringe Vergasung in Form von Methan und Äthan, die unterhalb 5 % liegt.

Trotz desfahrens im Sumpf zeigte sich, dass die Ofenleistung auf den gesamten Reaktorraum berechnet besser als in der Gasphase ist. Bei  $250^{\circ}$  wurde eine tägliche Leistung von 0,8-0,9 kg auf 1 Liter Ofenraum erzielt, bei  $300^{\circ}$  sogar 0,7-0,8 kg. Dagegen wurde bei der Gasumkirkung bei  $325^{\circ}$  die Leistung 0,8 auf den Kontaktraum erhalten, was einer Leistung von 0,4 auf den gesamten Ofenraum entspricht.

Da eine technische Einheit etwa in folgenden Massen gebaut werden dürfte: ein stehender Zylinder von 2,5 m Durchmesser und 10 m Höhe, so würde sie bei  $250^{\circ}$  etwa 4000 t/Jahr, bei  $300^{\circ}$  etwa 10 000 t/Jahr Produkt liefern.

Die bei diesen Leistungen in 25 Liter-Ofen erhaltenen Gasumkirkungen lagen oberhalb 85 %. Sie liegen also besser als bei der Gasumkirkung, bei der knapp 80 % erreicht wurden. Der Gasumsatz lässt sich aber leicht bis über 90 %, ja bis 95 % treiben, wenn man das aus dem Ofen austretende Gas, das 50-60 %  $\text{CO}_2$ , aber infolge der geringen Vergasung wenig andere Inerte enthält, von  $\text{CO}_2$  befreit und in den Ofen zurückführt.

#### Produktsammensetzung und Produktivität:

Die rohe Produktsammensetzung ergibt sich aus der beiliegenden Tabelle.

Im Vergleich zur Benseinfahrweise mit Gasumkirkung fällt die geringe Vergasung und der starke Rückgang des Gasols auf. Die Alkohole, die in Produktwasser enthalten sind, haben etwa denselben Anteil am Gesamtprodukt wie dort und sind auch ähnlich zusammengesetzt, d.h. sie bestehen zum Hauptteil aus Ethanol, zum kleineren Teil aus Propanol, in geringerem Maße sind Butanol, Aceton und Acetaldehyd zugegeben.

Die 100-Verbindungen betragen bei der  $250^{\circ}$ -Synthese etwa 25 % im Mittelöl. Der Ungesättigtheitsgehalt des Mittelöles ergibt sich aus der Hydrierzahl zu 60%. Er liegt bei der  $200^{\circ}$ -Fraktion bei 70% und sinkt bei den höher als  $300^{\circ}$  siedenden Fraktionen auf 50 % und darunter. Ausserdem sind noch etwa 10 % Alkohole und ebensoviel Ester, Aldehyd und Ketone zugegeben.

Der Sauerstoffgehalt beträgt bei dem bei  $250^{\circ}$  hergestellten Produkt 6 % im Bensen und 4 % im Mittelöl und Paraffin. Da Paraffin besteht wohl in der Hauptsache aus sauerstoffhaltigen Körpern, wahrscheinlich Wachsen.

Anlage

### Verwendung der Produkte:

Für das Mittelöl kommen folgende grossen Verwendungsgebiete in Frage:

- 1) Sulfierung zu Sulfonaten (Feinwaschmittel),
- 2) Überführung in Fettsäuren nach Beyer (Seifen),
- 3) Oxydation zu Lederölen (Pfarrmann).

Sulfierungsversuche mit den neuen Mittelölen im Kleinen ergaben ein völlig in Wasser lösliches Produkt, als wenn gesättigte Anteile im Mittelöl überhaupt nicht vorhanden wären. Herr Dr. Hausmann will die endgültige Entscheidung über diese Frage dem Grossversuch überlassen, den er machen will, sobald unser neuer grosser Ofen grössere Mengen Mittelöl liefern wird. Herr Dr. Bueren ist bei Arbeiten über die Syntheseprodukte mit anderer Zielsetzung zu ähnlichen Ergebnissen gekommen.

Mit dem Paraffin macht Herr Dr. Jahrestorfer neuerdings Versuche, um zu Emulgierungswachs zu gelangen. Das Paraffin lässt sich auch leicht zu Mittelöl von hohem Olefingehalt kochen.

Die Benzine eignen sich zur Oxydation zu Lackalkoholen und Lösungsmitteln, so dass praktisch der ganze Produktenfall einer chemischen Weiterverarbeitung zugeführt werden könnte.

Anlage

Gen. Michael

### Anlage

Vergleichende Zusammenstellung der Schmelztemperatur und ihrer Produkte bei verschiedenen Temperaturen (Druck 20 atm).

| Temperatur                                  | 250°C        | 280°                   | 300°                                   |
|---------------------------------------------|--------------|------------------------|----------------------------------------|
| Leistung in kg pro Ltr. Kontaktraum und Tag | 0,2-0,3      | 0,5-0,6                | 0,7-0,8                                |
| Verhalten des Sumpfs                        | Sumpf wächst | Sumpf hält sich gerade | Sumpf nimmt ab und muss ergänzt werden |
| <u>Produktzusammensetzung:</u>              |              |                        |                                        |
| % Gasöl                                     | 4-6          | 6                      | 8                                      |
| % Benzin -200°C                             | 30-40        | 35-50                  | 50-55                                  |
| % Mittelöl -350°C                           | 32-37        | 28-33                  | 30-35                                  |
| % Paraffin über 350°C                       | 20-30        | 15-20                  | 5-10                                   |
| % Alkohole im Produktwasser                 | 6            | 6                      | 3                                      |
| Oktanzahl (Research) des Rohbensins         | 50           | 68                     | 78                                     |
| Olefingehalt des Mittelöles                 | ca. 60       | ca. 60                 | noch nicht bekannt                     |
| % Vergasung                                 | < 5          | < 5                    | 5 %                                    |

TITLE PAGE

25. Katalyt. Kracken von Mittelölen mit  $\text{AlCl}_3$ .  
Catalyt. cracking of middle oils with  $\text{AlCl}_3$ .  
9.2.1942.

Frame Nos. 250 - 264

25

Katalyt. Kracken von Mittelloilen mit  $AlCl_3$ .

Zusammenfassung.

Bei der  $AlCl_3$ -Krackung verschiedener Mittelloile auf L-Benzin wurden folgende Ausbeuten (bei völliger Aufspaltung zu Benzin, Teer und Gas) erhalten:

| Anzahl                                    | Kegasin<br>AP=69,5° | Krackseiler<br>Mittelloil<br>AP=69,8° | Kat.Kracken<br>aus Krackseiler<br>Mittelloil<br>AP=67,5° | Reithrock<br>Mittelloil<br>AP=55° | Krackseiler<br>300 - 400°<br>Dr. Klein, 0° |
|-------------------------------------------|---------------------|---------------------------------------|----------------------------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------------|
| % Benzin E-150°                           | 53,7                | 43,6                                  | 39,5                                                     | 30,1                              | 59,3 (E-150°)<br>8,7 (300-400°)            |
| % Teer                                    | 16,0                | 34,0                                  | 34,0                                                     | 41,5                              |                                            |
| % Gas + Verlust                           | 30,3                | 22,4                                  | 26,5                                                     | 28,4                              | 32,0                                       |
| $AlCl_3$ -Verbrauch<br>(best. Lösung. Öl) | 20 %                | 26 %                                  | 26 %                                                     | 39 %                              | 13 % ?                                     |

Die 150er Benzine waren fast olefinfrei und hatten 0-15,5% Aromaten. Die OS lag bei 68-74,4 (mit 0,12% Pb-87-90).

Bis auf das Benzin aus Kegasin waren alle L-Benzine bei uns untereiedergerecht (40-45% bis 100° bei E-150°).

Für die  $AlCl_3$ -Krackung sind hoch  $H_2$ -haltige Ausgangsmittelloile am besten geeignet. Mit sinkendem Anilinpunkt der Ausgangsöle fällt die Benzin- und steigt die Teerausbeute. Mittelloile mit Anilinpunkt unter 65 liefern bereits ebensoviel Teer wie Benzin.

Die für die katalyt. Krackung über silikatische Katalysatoren gut geeigneten Naphten- und asphaltbenzischen Mittelloile mit Anilinpunkt von etwa 55-65° lassen sich mit  $AlCl_3$  nicht wirtschaftlich verarbeiten.

Während man aus diesen Ölen bei kat.Krackung über Silikate (8 Hydrierung der Krackrückstände) ein 70% sehr gutes L-Benzin erhält, liefert die  $AlCl_3$ -Krackung nur 30-35% L-Benzin.

Öle ausserhalb des Siedebereichs der Mittelloile (etwa 200-350°) wurden noch nicht verarbeitet.

799221

Die vor einigen Monaten (9.8.41.) von Herrn Dr. Klein (Kohlenwasserstoff-Versuche Op.) geschilderte katalyt. Krackung von Erdölfraktionen mit teilweise hydrol.  $AlCl_3$  wurde bei uns mit verschiedenen Ausgangsölen wiederholt.

Es wurden folgende Öle gekrackt:

- Kogasin II, anhydriert auf Jod-Zahl 0,15 ( $276-725^\circ$ )
- Bruchsaler Mittelöl (190-358 $^\circ$ ).
- Kat. Krackrückstand von Bruchsaler Mittelöl (195-345 $^\circ$ )
- Reitbrook Mittelöl (205-350 $^\circ$ )

In allen Fällen wurde je 1 Ltr der betreffenden Öle in Glasbolben mit Rührwerk unter Zusatz von 11 Gew.-% hydrotisierten  $AlCl_3$  bei 200 $^\circ$  (im Ölbad) gekrackt. Die Krackdauer betrug 4 Stunden. Die bei Kracktemperatur flüchtigen Reaktionsprodukte destillierten über eine auf den Kolben senkrecht aufgesetzte Glasperlenkolonne mit angehängtem Kühler kontinuierlich in eine Vorlage ab. Der Flüssigkeitsanteil wurde in einem  $CO_2$ -gekühlten Gefäß aufgefangen. Das Trockengas wurde ohne Messung und Untersuchung ins Freie geleitet.

Als  $AlCl_3$  wurde eine vom  $AlCl_3$ -Betrieb zu bezogene normale Handelsware (Pulver) benutzt, die durch 15 Minuten langes Lagern in dünner Schicht an der Luft (Taupunkt etwa 14 $^\circ$ ) teilweise hydrolisiert wurde. Die Apparatur wurde vor jedem Versuch mit dem zu verarbeitenden Öl ausgespült, um etwa darin vorhandene Wasserreste, die eine zu weitgehende und unkontrollierbare Hydrolyse der  $AlCl_3$  verursachen würden, zu entfernen.

Das  $AlCl_3$  verdampfte während der Krackung teilweise, schlug sich aber größtenteils auf den Glasperlen der Kolonne nieder, so daß nur geringe Anteile in das übergehende Destillat gelangten. Nach Beendigung der Versuche wurde der Kolben aus dem Ölbad entfernt und abgekühlt. Hierbei trennte sich der Inhalt in helles Mittelöl und festen, teerartigen, braunschwarzen Schlamm, von dem das Öl leicht abgesehen werden konnte. Der vorher leer ausgewogene Kolben wurde nach Abgießen des flüssigen Restmittels zurückgewogen. Unter Berücksichtigung der zugesetzten  $AlCl_3$ -Menge wurde so die Menge des entstandenen Teers erhalten.

- 3 -

Das bei der Krackung übergegangene Destillat sowie das abgeessene Mittelöl wurden durch Redestillation in Bensen und Mittelöl zerlegt.

Das Krackbensen wurde zur Entfernung von  $HCl$ -Anteilen mit  $NaOH$  und Wasser gewaschen und über  $Na_2SO_4$  getrocknet.

Der Flüssigkeitsanteil wurde bei + 10 $^\circ$  verdampft und das hierbei entsprechende Gas ( $C_2, C_4$ ) aufgefangen und gemessen. Das nach dem Ablassen des  $C_2, C_4$  im Gefäß zurückbleibende Gasbensen wurde dem Destillationsbensen zugesetzt.

Die Versuchsergebnisse sind in den anliegenden Tabellen 1-4, sowie auf dem Kurvenblatt eingetragen.

a) Kogasin II (anhydriert auf Jod-Zahl 0,15)

Das wasserstoffreichste Ausgangsöl (Kogasin II mit Anilinpunkt 95,5 $^\circ$ ) gibt bei 10,3 % Teeranfall 43,3 % Bensen ( $E=210^\circ$ ; 72 % = 100%).

Daneben wurden 3,9 % Flüssiggas und 7,7 % Trockengas (+Verlust) erhalten. Das nicht aufgespaltene Mittelöl (34,8%) hat etwa die gleichen Eigenschaften wie das Einspritzprodukt.

Für die vollständige Umsetzung zu Bensen (übersiedegerecht) Teer und Gas ergibt sich unter Zugrundelegung dieser Zahlen eine Teer + Gasmenge + Verlust bezogen auf Bensen + Teer + Gas + Verlust von:

$$(10,3+3,9+7,7): (43,3+10,3+3,9+7,7)=$$

$$21,9 : 65,2 = 33,5\%$$

d.h. 66,5% übersiedegerechtes Bensen + 33,5% Gas + Teer + Verlust. Da das übersiedegerechte Bensen 15,8 % Stabiliserverlust hatte, erhält man demnach aus Kogasin II durch  $AlCl_3$ -Krackung:

56,0% Bensen (stabil)  $E=210^\circ$

44,0% Gas + Teer + Verlust

oder

50,7% Bensen (stabilis.)  $E=150^\circ$

5,3% Schwerbensen 150-210 $^\circ$

44,0% Gas + Koks + Verlust.

Durch weiteres Aufkracken des Schwerbensinanteils (5,3 %) zu 150er Bensen erhält man (gleiche Spaltbarkeit vorausgesetzt)

- 4 -

noch 3,0 % Bensen + 2,3 % Gas + Koks + Verlust.

Aus Kogasin II werden hiernach durch  $AlCl_3$ -Krackung erhalten:

53,7 % Bensen (stabilis.)  $E=150^\circ$  und

46,3 % Teer + Gas + Verlust.

Der  $AlCl_3$ -Verbrauch würde dabei (1,5 maliges Kracken vorausgesetzt) etwa 200 Gew.-% des Einsatzöls betragen.

Das Bensen ( $E=150^\circ$ ) hat OZ (M) von 68 (berechnet), die mit 0,12 Pb etwa 87 sein würde (geschätzt).

Die OZ der bis 90 $^\circ$  siedenden Bensinanteile ist 80 (M.-M.), die der von 90-150 $^\circ$  siedenden 50 (M.-M.)

Zum Vergleich seien die von Franz Fischer in seinem Vortrag vor der Luftfahrtakademie am 10.10.41 genannten Ausbeuten der  $AlCl_3$ -Krackung von Kogasin angegeben:

80 % Bensen + 1-C<sub>4</sub>

davon sind 38 % 1-C<sub>4</sub>, sodaß sich rund 50 % Bensen (C<sub>4</sub>-frei) und 30 % 1-C<sub>4</sub> ergeben. 20 % bleiben dann für C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub> und Teer + Verlust über.

Die bei uns erzielte Bensin- und Teerausbeute stimmt also mit der von Fr. Fischer genannten recht gut überein.

Bei Erhöhung der Kracktemperatur von 200 $^\circ$  auf 250 $^\circ$  steigt die Vergasung erheblich an, während Bensen- und Teeranfall zurückgehen.

Durch vollständige Aufspaltung bei 250 $^\circ$  würde man erhalten:

52,5 % Bensen (übersiedegerecht)  $E=200^\circ$

47,5 % Teer + Gas + Verlust

gegenüber 66,5 % Bensen und 33,5 % Teer + Gas + Verlust bei 200 $^\circ$  Kracktemperatur.

b) Bruchsaler Mittelöl (P 1207)

Diese paraffinbasierte Erdölfraktion mit Anilinpunkt -69,8 $^\circ$  lieferte bei 16,0 % Teeranfall nur 24,5 % Bensen ( $E=180^\circ$ ) neben 0,1 % Flüssiggas und 6,4 % Trockengas + Verlust.

Die b-Mittelölfraktion ist leichter und H<sub>2</sub>-reicher

- 5 -



(nach Anilinpunkt) als das Ausgangsöl, mußte sich also mindestens so gut verarbeiten lassen wie dieses.

Für vollständige Aufspaltung ergeben sich:

32 % Benzol (E=180°), instabilis. und  
48 % Teer + Gas + Verlust.

Dieses Benzol hatte einen Stabilisierungsverlust von nur 4,2 %, so-  
daß bei völliger Aufspaltung erhalten würden:

49,8% Benzol (E=180°) stabilis. und  
50,2% Teer + Gas + Verlust.

oder

37,5% Benzol, stabilis. (E=150°)  
12,5% Schwerbenzol 150-180°  
50,2% Teer + Gas + Verlust

oder bei völliger Spaltung zu 150er Benzol:

43,6% Benzol, stabilis. (E=150°) und  
56,4% Teer + Gas + Verlust.

Für die Erreichung dieses 100%igen Umsatzes wären  
(Zwölffaches Kracken vorausgesetzt) 26 Gew.% vom Ausgangsöl an  $AlCl_3$   
erforderlich.

Das 150er Benzol war unterschiedgerecht (42° bis 100°  
und nahezu gesättigt (Jod - Zahl = 0,95). Es hatte 7 % Aromaten  
und OS (H) = 71,8 (mit 0,12 % TS-OS,4).

#### g) Kat.-Krackrückstand aus Erbsenöler Mittelsöl.

Ein Krack-b-Mittelsöl von katalytischem Kracken.  
Über verschiedene festangordnete Kontakte mit Anilinpunkt= 57,5°  
gab mit  $AlCl_3$  21,8 % Benzol E=180°, instabilisiert, neben 18,4 %  
Teer, 0,1 % Flüssigschlamm und 3,5 % Treibgas + Verlust.

Auch bei diesem Produkt war das übrigegebliebene  
Mittelsöl leichter und  $H_2$ -reicher als das Ausgangsöl.

Bei vollständiger Aufspaltung würde man erhalten:

50 % Benzol, E=180°, instabilisiert und  
50 % Teer + Gas + Verlust

oder unter Berücksichtigung eines Stabilisierungsverlustes von 4,6 %

- 6 -

47,7 % Benzin, E-180°, stabilisiert  
32,3 % Teer + Gas + Verlust

oder

32,0 % Benzin, E-150°, stabilisiert  
15,7 % Schwerbenzin 150-180°  
32,3 % Teer + Gas + Verlust

oder bei völliger Aufspaltung:

39,5 % Benzin, E-150°, stabilisiert  
60,5 % Teer + Gas + Verlust.

Für diese Umsetzung wäre (2maliges Kracken vorausgesetzt) etwa 26 % des Ausgangsöls an  $AlCl_3$  erforderlich.

Das 150er Benzin war mit nur 45 % bis 100° unterschiedsgerichtet und fastgeruchlos (Jod-Zahl=1,4). Es hat ca 10% Aromaten und OZ (N)=78,5 (mit 0,12 % Pb=69,6).

Gegenüber dem nicht gekrackten Bruchseiler Mittelöl sind die Ausbeuten, die mit diesem Krackrückstand erhalten wurden nicht viel niedriger. Das rührt daher, daß dieser Krackrückstand, der bei Kontaktprüfungen erhalten wurde, vom Ausgangs-Mittelöl nur wenig verschieden ist.

#### 4) Reithrook-Mittelöl (P1378).

Diese asphaltbasische Erdölfraktion hatte Anilinpunkt = 55° und gab bei 14,8% Benzin neben 15,5 % Teer 0,2 % Flüssigas und 6,7 % Trockengas + Verlust.

Das Restmittelöl war auch wiederleichter und (nach Anilinpunkt)  $H_2$ -reicher als das Ausgangsöl. Der Endsiedepunkt war um 30° heraufgegangen.

Für die vollständige Aufspaltung errechnet sich eine Ausbeute von:

40 % Benzin, E-190°, unstabilisiert und  
60 % Teer + Gas + Verlust

oder unter Berücksichtigung eines Stabilisierungsverlustes von 3,6 %

38,6 % Benzin, E-190°, stabilisiert und  
61,4 % Teer + Gas + Verlust

oder

24,8 % Benzol, B=150°, stabilisiert  
 13,8 % Schwerbenzol 150-190°  
 61,4 % Teer + Gas + Verlust  
 oder bei völliger Spaltung zu 150er Benzol,  
 30,1 % Benzol, B=150°, stabilisiert und  
 69,9 % Teer + Gas + Verlust.

Für 100%ige Spaltung werden 39 Gew.% des Ausgangsöls  
an  $AlCl_3$  benötigt, entsprechend einer 3maligen Teilkraackung.

Das 150er Benzol war auch hier untersiedegerecht  
 (41 % bis 100°). Es hatte 15,5 % Aromaten und fast keine Olefine  
 (Jod-Zahl = 1,4). Die OZ war 74,4, mit 0,12% Pb=90,0.

Unterschied der  $AlCl_3$ -Kraackung (flüssige Phase) gegenüber der  
katalytischen Kraackung über Silikat-Katalysatoren (Gasphase).

Abgesehen davon, daß sich bei der  $AlCl_3$ -Kraackung der  
 Katalysator nur einmal verwenden läßt (die Wiedergewinnung des  
 $AlCl_3$  aus dem Teer ist technisch nur unvollkommen möglich, zum  
 mindesten aber sehr umständlich) bestehen zwischen den beiden  
 Verfahren vor allem Unterschiede im Bezug auf ihre Anwendbarkeit  
 für die einzelnen Ölarten.

Während für die katalyt. Kraackung auf L-Benzol über  
 silikatische Katalysatoren naphthen- und asphaltbasierte Mittelsöle  
 besser geeignet sind als paraffinbasierte oder Mittelsöl der Fischer-  
 Synthese, kommen für die  $AlCl_3$ -Kraackung eigentlich nur hoch  $H_2$ -  
 haltige Öle, wie Kogasin, in Betracht, die sich über silikatische  
 Katalysatoren bisher kaum zu L-Benzol verarbeiten lassen.

Erdölmittelsöle, besonders solche mit Anilinpunkt 70 <sup>unter</sup>  
 scheinen für die  $AlCl_3$ -Kraackung auszufallen, da sie gegenüber der  
 katalyt. Kraackung über Silikate (+Hydrierung) viel geringere Ben-  
 zolabbeuten geben (30-45 % Benzol, B=150°, gegenüber 65-75 % bei  
 Kombination von katalyt. Kraackung + Hydrierung). Zu diesem Nachteil  
 kommt der enorme  $AlCl_3$ -Verbrauch in Höhe von etwa 20 bis 40 %  
 des Ausgangsöls.

Die bei der  $AlCl_3$ -Kraackung entstehenden großen Teer-  
 mengen (16-41, % + bei 100%iger Aufspaltung der Öle) machen eine

ständige Reinigung der Reaktionsgefäße nötig.

Die 150er Benzine der  $AlCl_3$ -Krackung sind ohne Raffination als 87er L-Benzin brauchbar, sie erfordern nur eine schwache Laugung zur Entfernung des darin gelösten geringen HCl-Mengen. Der Aromatengehalt der Benzine ist gering (0 bis 13,5%), der Olefingehalt liegt unter 0,5% (Jod-Zahl max. 1,4). Die verhältnismäßig hohe Klopffestigkeit ist auf i-Paraffine zurückzuführen. Daher rührt auch die hohe Pb-Empfindlichkeit.

Die Isomerisierung scheint mit steigendem Siedepunkt der Spaltprodukte zurückzugehen. Die von 150 bis etwa 200° siedenden Schwerbenzinanteile haben 02=40 bei Bruchsaler Mittelöl und 59,7 bei Reithrock Mittelöl, wobei der Unterschied in der Klopffestigkeit auf verschiedenen Aromatengehalt beruhen dürfte.

Das nach der  $AlCl_3$ -Krackung erhaltene b-Mittelöl hat bei Verarbeitung von Kogasin II etwa die gleichen Eigenschaften wie das Ausgangsöl. Der geringe Unterschied in Anilinpunkt ist durch den etwas nach unten verschobenen Siedebereich erklärbar. Zu bemerken ist, daß die Octan-Zahl des b-Mittelöls um 4 Punkte höher liegt als die des Ausgangsöls. Dies läßt den Schluß zu, daß im Mittelölanteil kaum Isomerisierung eingetreten ist.

Die Jod-Zahlen und damit die Olefingehalte steigen im Benzinbereich mit dem Siedepunkt an. Die Schwerbenzinanteile haben Jod-Zahlen zwischen 3,3 und 7,1, entsprechend etwa 2 bis 4% Olefinen.

Bei den Benzinen der katalyt. Krackung über Silikate fallen im Benzinbereich die Jod-Zahlen mit steigendem Siedepunkten, liegen im ganzen aber auch viel höher als bei den Benzinen der  $AlCl_3$ -Krackung. (15 bis 20 im L-Benzinanteil).

Die aus Erdölmittelölen erhaltenen b-Mittelöle der  $AlCl_3$ -Krackung sind leichter und höher in Anilinpunkt als die Ausgangsöle. Bei der katalyt. Krackung von Erdölfraktionen über Silikate werden die b-Mittelöle infolge Aromatisierung meistens schwerer und im Anilinpunkt immer niedriger.

Der Teeranteil der  $AlCl_3$ -Krackung ist bei Erdölverarbeitung bedeutend höher als der Koksanteil bei der Krackung über

Silikate, eine Folge der nahezu gesättigten Natur der Spaltprodukte und des hohen  $H_2$ -Gehaltes der b-Mittelöle.

Im anliegenden Kurvenblatt sind die Benzin- und Teerausbeuten der  $AlCl_3$ -Krackung für einmalige Krackung und 100%ige Aufspaltung in Abhängigkeit vom Anilinpunkt ( $H_2$ -Gehalt) der Ausgangsöle eingezeichnet. Man sieht, daß gute Benzinausbeuten und geringe Teerbildung nur bei hoch  $H_2$ -haltigen Ölen zu erwarten sind. Ausgangsöle mit Anilinpunkt unter etwa 65° geben schon gleiche Mengen Benzin und Teer. Mit weiter sinkendem Anilinpunkt verschlechtert sich das Verhältnis immer weiter.

Die OZ der Benzine steigt mit sinkendem  $H_2$ -Gehalt des Ausgangsöls an infolge Zunahme der Aromaten, wobei die Pb-Empfindlichkeit etwas verringert wird.

Von Herrn Dr. Klein wurden für die Verarbeitung einer aufhydrierten Bruchsaler Erdölfraktion mit den Siedegrenzen 300 - 400° und dem spez. Gewicht von 0,820 folgende Ausbeuten angegeben:

|      |                                                  |
|------|--------------------------------------------------|
|      | 73,1 % Rohbenzin                                 |
|      | 10,0 % Flüssiggas (vorwiegend i-C <sub>4</sub> ) |
|      | 16,9 % Teer + Trockengas + Verlust               |
|      | 100,0 %                                          |
| oder | 69,0 % Benzin, stabilis. P=240°                  |
|      | 12,5 % Flüssiggas                                |
|      | 18,5 % Trockengas + Teer + Verlust               |
|      | 100,0 %                                          |
| oder | 59,3 % L-Benzin (S=150°)                         |
|      | 8,7 % Schwerbenzin (150-200°)                    |
|      | 12,5 % Flüssiggas                                |
|      | 19,5 % Teer + Trockengas + Verlust               |
|      | 100,0 %                                          |

Das 150er Benzin hatte Dampfdruck 0,5 Jod-Zahl=0, OZ (M)=70 (mitloc Pb/ltr.=89) und 65 % bis 100°. Es war praktisch aromatenfrei.

Für die Erzielung dieser Ausbeuten sollen 13 %  $AlCl_3$  benötigt worden sein.

Es ist zu berücksichtigen, daß das von Herrn Dr. Klein verarbeitete Bruchsaler Öl aufhydriert war und einen anderen Siedebereich hatte wie die von uns verarbeiteten Öle. Wir

haben bisher den Einfluss der Siedegrenzen auf Ausbeute und Benzinqualität bei gleichem Ausgangsöl noch nicht geprüft.

Tabelle 1

AlCl<sub>3</sub>-Krackung von Kogasin II, aufhydriert auf Jod-Zahl=0,15

(P 1485)

Ansbente:

Temp. 200°

Temp. 230°

% Bensen E=200°

43,3

30,9

% b-Mittelöl

34,8

40,8

% C<sub>3</sub>C<sub>4</sub>

3,9

10,7

% Teer

10,3

7,8

% Gas + Verlust

7,7

9,8

Produktuntersuchungen

Fractionen a. Bensen 20°

Sinspr.  
Produkt

Krackbensen  
- 200°

42-90°  
(45%)

90-150°  
(31%)

>150°  
(8,2%)

Krack b-  
Mittelöl 200°

Spez. Gew.

0,772

0,665

0,652

0,710

0,748

0,774

A.P.

93,5°

69°

64,5°

68°

75°

91,5°

Beginn

236°

32°

218°

- 70°

45,0%

- 90°

64,0%

- 100°

72,0%

- 120°

83,0%

- 150°

91,5%

- 180°

95,5%

- 200°

97,0%

- 225°

97,0%

- 250°

98,5%

- 275°

98,5%

- 300°

98,5%

- 325°

98,5%

E

325/98,5

210/98,5

80,0

50,0

330/98,5

+0,12 Pb

-

-

-

-

-

Octan Zahl

96

-

-

-

-

100,0

Tabelle 2AlCl<sub>3</sub>-Krackung von Bruchsaler Mittelöl (P 1203)Ausbeute bei 200°

24,5 % Bensen - 180°

53,0 % b-Mittelöl &gt; 180°

0,1 % O<sub>2</sub> O<sub>4</sub>

16,0 % Teer

6,4 % Gas + Verlust

Produktuntersuchungen:

|            | Einspr.<br>Produkt | Krackbensen<br>(stab)<br>E= 150° | Bensen<br>150-180° | Krack b-Mittelöl<br>> 180° |
|------------|--------------------|----------------------------------|--------------------|----------------------------|
| Spez. Gew. | 0,826              | 0,720                            | 0,772              | 0,804                      |
| A.P. I     | 69,8°              | 55,5°                            | 60,5°              | 77°                        |
| A.P. II    | -                  | 61,2°                            | 67,0°              | -                          |
| % Aromaten | -                  | 7,5                              | -                  | -                          |
| Jod-Zahl   | -                  | 0,95                             | 3,3                | -                          |
| Beginn     | 190°               | 53°                              | 151°               | 176°                       |
| - 70°      | -                  | 6,7%                             | -                  | -                          |
| - 90°      | -                  | 30,0%                            | -                  | -                          |
| - 100°     | -                  | 42,0%                            | -                  | -                          |
| - 120°     | -                  | 74,0%                            | -                  | -                          |
| - 150°     | -                  | -                                | -                  | -                          |
| - 180°     | -                  | -                                | 92,5%              | 2,0%                       |
| - 200°     | 3,5%               | -                                | -                  | 11,0%                      |
| - 225°     | 16,0%              | -                                | -                  | 30,0%                      |
| - 250°     | 30,5%              | -                                | -                  | 47,0%                      |
| - 275°     | 48,0%              | -                                | -                  | 63,0%                      |
| - 300°     | 67,5%              | -                                | -                  | 78,0%                      |
| - 325°     | 85,0%              | -                                | -                  | 88,0%                      |
| - 350°     | 95,5%              | -                                | -                  | 97,0%                      |
| E          | 358/98,5           | 148/98,5                         | 194/98,5           | 355/98,5                   |
| OZ (M)     | -                  | 71,8                             | 40,0               | -                          |
| +0,12 Pb   | -                  | 88,4                             | -                  | -                          |

Tabelle 3.

Al Cl<sub>3</sub> - Kreckung von kat.Krackrückstand aus Bruchsealer Mittelöl

( P 1203 )

Ausbeuten bei 200°

21,8 % Bensin - 180°

56,2 % b-Mittelöl

0,1 % C<sub>3</sub> C<sub>4</sub>

18,4 % Teer

3,5 % Gas + Verlust

Produktuntersuchungen:

|           | Einspr.<br>Produkt | Krackbensin<br>(stabil.)<br>E = 150° | Bensin<br>150-180° | Krack b-Mittelöl<br>180° |
|-----------|--------------------|--------------------------------------|--------------------|--------------------------|
| Spez.Gew. | 0,818              | 0,772                                | 0,778              | 0,792                    |
| A.P. I    | 67,5°              | 53,0°                                | 55,0°              | 79°                      |
| A.P. II   | -                  | 62,5°                                | 70,5°              | -                        |
| Jod-Zahl  | -                  | 1,4                                  | 7,1                | -                        |
| Beginn    | 195°               | 50°                                  | 150°               | 167°                     |
| - 70°     |                    | 8,7%                                 |                    |                          |
| - 90°     |                    | 33,0%                                |                    |                          |
| - 100°    |                    | 45,0%                                |                    |                          |
| - 120°    |                    | 71,5%                                |                    |                          |
| - 130°    |                    |                                      |                    |                          |
| - 180°    |                    |                                      | 77,5%              | 2,0%                     |
| - 200°    | 1,5%               |                                      | 96,5%              | 7,0%                     |
| - 225°    | 17,0%              |                                      |                    | 26,0%                    |
| - 250°    | 44,0%              |                                      |                    | 49,0%                    |
| - 275°    | 64,0%              |                                      |                    | 71,0%                    |
| - 300°    | 83,5%              |                                      |                    | 87,0%                    |
| - 325°    | 93,2%              |                                      |                    | 97,0%                    |
| E         | 345/98,5           | 152/98,5                             | 204/98,5           | 335/99                   |
| OZ (M)    |                    | 72,5%                                | 40,0               |                          |
| +0,12 Pb  |                    | 89,0                                 | -                  |                          |

Tabelle 4.

Al Cl<sub>3</sub> - Kreckung von Reitbrook Mittelöl ( P 1338 )

Ausbeuten bei 200°

14,8 % Bensin - 190°

62,8 % b-Mittelöl

0,2 % C<sub>3</sub> C<sub>4</sub>

13,5 % Teer

6,7 % Gas + Verlust

Produktuntersuchungen:

|            | Einspr.<br>Produkt | Krackbensin<br>(stabil.)<br>E = 150° | Bensin<br>150-190° | Krack b-Mittelöl<br>190° |
|------------|--------------------|--------------------------------------|--------------------|--------------------------|
| Spez.Gew.  | 0,832              | 0,728                                | 0,790              | 0,836                    |
| A.P. I     | 55°                | 46,5°                                | 46,1°              | 67°                      |
| A.P. II    | -                  | 60,1°                                | 65,0°              | -                        |
| % Aromaten | -                  | 15,5                                 | 22                 | -                        |
| Jod-Zahl   | -                  | 1,4                                  | 6,5                | -                        |
| Beginn     | 205°               | 54°                                  | 180°               | 193°                     |
| - 70°      |                    | 2,1                                  |                    |                          |
| - 90°      |                    | 20,7%                                |                    |                          |
| - 100°     |                    | 41,0%                                |                    |                          |
| - 120°     |                    | 74,0%                                |                    |                          |
| - 150°     |                    | 98,0%                                |                    |                          |
| - 180°     |                    |                                      | 91,0%              |                          |
| - 200°     |                    |                                      |                    | 2,5%                     |
| - 225°     | 8,5%               |                                      |                    | 15,5%                    |
| - 250°     | 23,5%              |                                      |                    | 32,0%                    |
| - 275°     | 45,0%              |                                      |                    | 49,0%                    |
| - 300°     | 71,0%              |                                      |                    | 69,0%                    |
| - 325°     | 95,0%              |                                      |                    | 85,0%                    |
| - 350°     |                    |                                      |                    | 93,0%                    |
| E          | 330/98,5           | 152/98,5                             | 192/99,0           | 360/97                   |
| OZ (M)     |                    | 74,4                                 | 59,7               |                          |
| 30,12 Pb   |                    | 90,0                                 | 76,3               |                          |





B e r i c h t

über

Vorhydrierungsversuch mit Mitteln aus Steinkohlenverflüssigung

über Kontakt 7846 W 250 in halbatechnischen Maßstab.

Kammer 501 vom 2.10. - 3.11.41.

Inhaltsverzeichnis.

|                                                      |         |         |
|------------------------------------------------------|---------|---------|
| Zusammenfassung                                      | Seite   | 1 - 1a  |
| Versuchsbericht                                      | "       | 2 - 3   |
| Versuchsverlauf                                      | "       | 6 - 7   |
| Kontaktausbau                                        | "       | 7       |
| Betriebsbedingungen                                  | "       | 8       |
| Betriebsergebnisse                                   | "       | 9       |
| Tabellen 1 - 7                                       | "       | 10 - 20 |
| Untersuchung des Einspritzproduktes A                | Tabelle | 1 - 1a  |
| " des Abstreifers aus A                              | "       | 2 - 2a  |
| " des Benzins und b-Mittelöles aus A                 | "       | 3       |
| " des Einspritzproduktes B                           | "       | 4 - 4a  |
| " des Abstreifers aus B                              | "       | 5 - 5a  |
| " des Benzins und b-Mittelöles aus B                 | "       | 6       |
| Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe der Vergasung | "       | 7       |
| 1 Kurvenblatt.                                       |         |         |

Vorhydrierungsversuch mit Mitteln aus Steinkohlenverflüssigung

über Kontakt 7846 W 250 in halbatechnischen Maßstab.

Kammer 501 vom 2.10. - 3.11.1941.

Zusammenfassung.

Die Vorhydrierungseigenschaften des Kontaktes 7846 W 250 wurden im halbatechnischen Ausmaße in einem Ofen mit einem Kontaktvolumen von 750 Ltr. während einer Versuchszeit von 31 Tagen geprüft. Zum Einsatz gelangten Verflüssigungsöl - 325°C aus ober-schlesischen Kohlen vom Grossversuch in Kammer 804, s-Mittelöl von der Gelsenberg-Benzin A.G. und aus-hilfsweise ein Gemisch (1:0,5) aus s-Mittelöl von Hydrierwerk Scholven und s-Benzin aus dem Grossversuch in Kammer 804.

Die Öle wurden während des grössten Teils der Versuchsperiode bei einem Gesamtdruck von 280 Atmosphären, entsprechend einem Wasserdampfpartialdruck von 240 Atmosphären, gegen Ende der Fahrperiode bei einem Gesamtdruck von 290 Atmosphären, entsprechend 247 Atmosphären Wasserdampf, bei einer mittleren Ofentemperatur von 408 - 418°C (21,6 MW bei 40°C Klemmentemperatur) und einem Produktdurchsatz von 0,60 - 0,81 vorhydriert.

Dabei wurden aus allen drei eingesetzten Produkten b-Mittelöle mit Anilinpunkt 46-51°C, Stickstoffgehalt 0,005 - 0,01 % und Phenolgehalt unter 0,01 % hergestellt, die sich über 6434 gut benzinierten liessen.

Vorübergehend hergestellte b-Mittelöle mit tieferem Anilinpunkt bzw. höherem Stickstoffgehalt waren für die Benziniierung ungeeignet.

Aus dem Versuch ergeben sich für das Fahren im Grossen folgende Richtlinien. Bei Schwankungen in der Beschaffenheit der Einspritzprodukte müssen Temperatur und Durchsatz jeweils so eingestellt werden, dass der für die Benziniierbarkeit erforderliche Anilinpunkt

zwischen 0,005 % und 0,01 %, der Anilinpunkt des b-Mittelöles bewegte sich zwischen + 46°C und + 50°C.

Nach der Umstellung auf das a-Mittelöl B (Anilinpunkt ca. -15°C) fiel der Anilinpunkt des b-Mittelöles um ca. 10 Punkte auf + 40°C, obwohl die Temperatur mit Rücksicht auf den tieferen Anilinpunkt des Einspritzproduktes um 0,2 MV erhöht war. Die Aufhydratierung des b-Mittelöles war für die weitere Sensinierung über Kontakt 6434 nicht mehr ausreichend. Der Durchsatz des Produktes B von ca. 0,8 kg/Ltr. Kontakt und Stunde wurde deshalb auf 0,60 - 0,65 kg/Ltr. Kontakt und Stunde erniedrigt. Der Anilinpunkt des b-Mittelöles stieg nun auf 48 - 52°C an. Der Phenolgehalt sämtlicher b-Mittelölproben lag bei etwa 0,005 % und der Stickstoffgehalt betrug etwa 0,01 %.

Die Mischung aus a-Mittelöl von Hydrierwerk Scholven und a-Benzin vom Steinkohlengroßversuch in Kammer 804 mit Anilinpunkt von ca. -5°C ergab bei einem wegen Produktmangels niedrig gehaltenen Durchsatz von 0,6 kg/Ltr. Kontakt und Stunde im b-Mittelöl einen Anilinpunkt von + 50°C - 52°C, einen Phenolgehalt von 0,006 - 0,009 % und einen Stickstoffgehalt von etwa 0,008 %.

Nach der Umstellung auf eine neue Sendung von Produkt B (Anilinpunkt ca. -12°C) fiel der Anilinpunkt des b-Mittelöles bei einem Durchsatz von 0,8 kg/Ltr. Kontakt und Stunde auf ca. + 38°C ab. Die Rücknahme des Durchsatzes auf etwa 0,75 kg/Ltr. Kontakt und Stunde und eine Temperaturerhöhung von 0,4 MV auf 41,6°C (21,6 MV bei 40° Klementemperatur) brachte einen Anilinpunkt im b-Mittelöl von etwa + 45°C. Die weitere Senkung des Durchsatzes auf 0,72 kg/Ltr. Kontakt und Stunde und die Erhöhung des Gesamtdruckes auf 290 Atmosphären, entsprechend einen Wasserstoffpartialdruck von etwa 247 Atmosphären, liess den Anilinpunkt im b-Mittelöl auf + 48°C ansteigen.<sup>1)</sup>

Im b-Mittelöl schwankte der Phenolgehalt zwischen 0,002 % bis 0,01 % und der Stickstoffgehalt zwischen 0,006 % bis etwa 0,01 %.<sup>2)</sup>

1) Gleichzeitig wurde b-Mittelöl mit Anilinpunkt + 38°C in einer Menge von 5 % vom Einspritzprodukt zurückgeführt.

2) Der höhere Gehalt an Stickstoff und Phenol am 30.10.41 wird durch den höheren Durchsatz von 0,8 kg/Ltr. Kontakt und Stunde verursacht.

In anliegenden Kurvenblatt sind die täglichen Phenol- und Stickstoffgehalte eingetragen.

Aus dem Abstreiferprodukt wurden 30 - 40 % Benzol -175°C herausdestilliert.

Das Benzol hatte bei einem Gehalt von 23 - 30 % bis 100°C eine Oktanzahl nach der Research-Methode von 62-64, nach der Motor-Methode von 62 und nach Zusatz von 0,12 Pz 82-83 (Motor-Methode).

Einzelne Untersuchungen von Abstreiferprodukt, Benzol- und b-Mittelöl aus den Fahrperioden sind in den anliegenden Tabellen zusammengestellt.

Die Vergasung in der Vorhydrierung betrug im Mittel ca. 2,1 %, bezogen auf das Einspritzprodukt. Die Kohlenwasserstoff-Zusammensetzung ist in der Tabelle 7 aufgeführt.

Beim Ausben des Kontaktes war der Kontakt fest und von guter Formbeschaffenheit. Die Festigkeitswerte waren ausreichend.

Die Benzolierbarkeit der b-Mittelöle aus verschiedenen Fahrperioden über Kontakt 6434 wurde in der Kleinapparatur in 50 cm-Öfen bei 250 atm Wasserstoff-Druck und einem Durchsatz von 1,5 kg/Lö Kontakt und Stunde geprüft. Dabei wurden folgende Ergebnisse erzielt

- 1) Das b-Mittelöl aus Produkt A (Anilinpunkt 46-50°C, Stickstoffgehalt 0,005 - 0,01 %) liess sich bei 375°C - 391°C (19 - 20 MV) mit einer Leistung von 0,68 - 0,70 (Benzol -150°C) benzolieren.
- 2) Mit dem b-Mittelöl aus der Zeit vom 16. - 23.10.1941 (mit Anilinpunkt 50 - 51°C und Stickstoffgehalt zwischen 0,004 und 0,01 %) wurde bei 380°C (19,5 MV) eine Leistung an Benzol -150°C von 0,82 erreicht.
- 3) b-Mittelöl aus der letzten Periode (29.10.41) mit Mittelöl B (mit Anilinpunkt 50°C und Stickstoffgehalt 0,011 %) wurde in einem 14-tägigen Versuch bei 375°C (19 MV) mit einer Leistung von 0,75 Benzol -150°C benzoliert.
- 4) Ein b-Mittelöl vom 24. und 25.10.41 (Anilinpunkt 57°C) ergab bei 380°C (19,5 MV) nur eine Benzolleistung -150°C von 0,45. Erst nach Verfahren auf 417°C (21,5 MV) wurde eine Leistung von 0,75 erreicht.

Die b-Mittelöle des Vorhydrierofens wurden ausserdem in der

-6-

Grossapparatur (800 Ltr. Ofen) über einem bereits gebrauchten 6434-Kontakt zu einem Benzol mit Endpunkt etwa 170°C weiterverarbeitet. Die Benzolierung machte keinerlei Schwierigkeiten. Maximal wurde in einer Betriebsperiode von 11 Tagen bei einem Durchsatz von 1,80 kg/Lö Kontakt und Stunde, einer mittleren Ofentemperatur von 381°C (20 MV) und einem Wasserstoffpartialdruck von 247 Atmosphären Leistungen von 0,65 - 0,70 erreicht.

Aus obigen Ergebnissen kann man schliessen, dass zur Erreichung einer guten Benzolierbarkeit bei Steinkohlsmittelölen mindestens auf einen Anilinpunkt von etwa 46°C im b-Mittelöl vorhydriert werden muss. Die Grenze für den Stickstoffgehalt liegt bei etwa 0,01 %. Um das zu erreichen, müssen Durchsatz und Temperatur je nach dem Einspritzprodukt richtig eingestellt werden. So konnte bei dem vorliegenden Versuch das Mittelöl A bei 21 MV und Durchsatz 0,6 genügend weit vorhydriert werden, während für das Mittelöl B selbst bei 21,5 MV der Durchsatz auf 0,7 - 0,75 gesenkt werden musste, um die richtige Aufhydrierung zu erreichen.

Bei vorgeschalteten 5066 werden diese Schwankungen weitgehend durch den 5066-Kontakt aufgefangen werden. Für das Fahren im Grossen wird es sich empfehlen, zunächst bei Temperaturen von 21-21,5 MV und niedrigen Durchsätzen, z.B. 0,5 - 0,6, einen Anilinpunkt und Stickstoffgehalt einzustellen, der über der Mindestgrenze liegt und dann mit Temperatur und Durchsatz langsam vorzugehen, wobei zu beachten ist, dass der Kontakt auf Durchsatzänderungen besonders empfindlich zu sein scheint.

-6-

#### Versuchsablauf.

30. 9.41 Kammer mit Nullgas aufgefüllt, Gasdurchgang auf 1800 cbm/Std. eingestellt, Energie eingeschaltet und hochgeheist auf 17 MV.
- 1.10.41 Temperatur auf 20 MV erhöht, Druck 205 Atmosphären.
- 2.10.41 Wassereinspritzung vor Regenerator II angefahren - 50 Ltr. Wasser/Std. eingespritzt.  
Einspritzung mit Produkt A + b-Mittelöl aus Scholven (5:1) angefahren.  
Einspritzung auf 550 kg vorgefahren, mittlere Ofentemperatur 21,0 MV, max. 21,5 MV.  
Druck auf 250 Atmosphären erhöht.
- 3.10.41 Einspritzung auf 600 kg und Druck auf 280 Atmosphären erhöht. Einspritzprodukt: Mischung aus Produkt A + Abstreifer (65 : 15)
- 4.10.41. Wassereinspritzung vor Regenerator II auf 50 Ltr. erhöht, Einspritzprodukt: Mischung aus Produkt A + b-Produkt (90 : 10).
- 5.10.41 Einspritzprodukt: Mischung aus Produkt A + b-Produkt (95 : 5).
- 6.10.41 Einspritzprodukt: Produkt A.
- 9.10.41 Ofengasmenge auf 1700 cbm/Std. reduziert.
- 10.10.41 Ofengasmenge auf 1600 cbm/Std. reduziert.
- 14.10.41 Auf Einspritzprodukt B umgestellt.
- 15.10.41 Mittlere Ofentemperatur um 0,2 MV auf 21,2 MV erhöht, Ofengasmenge 1600 cbm/Std.
- 16.10.41 Einspritzung auf 450 kg zurückgenommen. Ofengasmenge auf 1800 cbm/Std. reduziert.
- 20.10.41 Einspritzung auf Mittelöl aus Scholven + s-Benzol (1:0,5) umgestellt.
- 22.10.41 Wasser vor Regenerator II auf 80 Ltr./Std. erhöht.
- 24.10.41 Einspritzung auf Produkt A umgestellt, Einspritzung auf 600 kg/Std. erhöht.

-7-

- 25.10.41 Auf Produkt 3 umgestellt, mittlere Ofentemperatur auf 21,6 MV erhöht.
- 26.10.41 Einspritzung auf 800 kg zurückgefahren, Ofengasmenge auf 1800 cbm/Std. erhöht.
- 27.10.41 Einspritzung auf 800 kg erniedrigt, Druck auf 890 Atmosphären erhöht.<sup>1)</sup>
- 30.10.41 Einspritzung auf 800 kg erhöht.
- 31.10.41 Einspritzung auf 800 kg zurück.
- 8.11.41 Einspritzung abgestellt, Jaseur vor Regenerator II abgestellt, Temperatur des Ofens auf 16 MV zurückgenommen.
- 17.11.41 Ofen kalt gefahren und ausgebaut.

#### Anschlußzustand des Kontaktes.

Der Kontakt ist fest und von guter Fernbeschaffenheit.

Die Festigkeitswerte des Kontaktes sind folgende:

|                     | <u>Mindestwert</u> | <u>Maximalwert</u> | <u>Mittelwert</u> |
|---------------------|--------------------|--------------------|-------------------|
| Einbau<br>18.9.41.  | 190                | 320                | 320               |
| Ausbau<br>21.11.41. | 120                | 175                | 212               |

1) Einspritzprodukt besteht aus Mischung Produkt 3 + 3 % b-Produkt aus Produkt 3 mit Anilinpunkt + 25°C.

- 8 -

Betriebsbedingungen.

|                                           |                                                      |
|-------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| Fahrweise des Ofens:                      | von oben nach unten.                                 |
| Kontaktvolumen:                           | 750 Ltr.                                             |
| Ofentemperatur: mittlere                  | 408-418°C (21,0-21,6 MP<br>bei 40° Elementenperiode) |
| Durchsatz kg/Ltr. Kontakt und Stunde:     | 0,60 - 0,81                                          |
| Gesamtdruck Atmosphären:                  | 290 - 290                                            |
| Wasserstoff-Partialdruck:                 | 240 - 247                                            |
| Ofengas cm <sup>3</sup> /kg Einspritzung: | 2,65 - 2,90                                          |
| Kaltgas cm <sup>3</sup> /kg Einspritzung: | 1,1 - 1,4                                            |

Die Betriebsbedingungen der einzelnen Tage sind aus dem anliegenden Kurvenblatt zu ersehen.

Betriebsergebnisse.

|                                     |                |
|-------------------------------------|----------------|
| Brennstoffkonzentration - 175°C:    | 30 - 40 %      |
| % Benzol - 100°C                    | 35 - 50        |
| Oktanzahl: Research-Methode:        | 62 - 64        |
| Motor-Methode:                      | 62             |
| Motor-Methode + 0,12 Vol. % Pb      | 63             |
| Anlagepunkt von b-Mittelöl > 175°C  | 44 - 52°C      |
| Phenole in b-Mittelöl > 175°C       | < 0,01 %       |
| Stickstoff in b-Mittelöl > 175°C    | 0,005 - 0,01 % |
| Spez. Gewicht des b-Mittelöles/15°C | 0,880          |
| Vergasung auf Einspritzung          | 2,1 %.         |

Die Betriebsergebnisse einzelner Tage sind im anliegenden Kurvenblatt ersichtlich.

### Reaktionsanrichtung.

In einem 12 m langen, 800 mm  $\varnothing$  Ofen waren 750 Ltr. Kontakt (7846 W 250) als 10 mm Pillen in 6 Abschnitten eingefüllt.

|             |                             |
|-------------|-----------------------------|
| Abschnitt 1 | 100 Ltr.                    |
| " 2         | 135 "                       |
| " 3         | 135 "                       |
| " 4         | 135 "                       |
| " 5         | 135 "                       |
| " 6         | 110 "                       |
| <b>Zus.</b> | <b>750 Ltr. = 556,8 kg.</b> |

Die Aufheizung des eingehenden Gases und Produktes wurde in zwei 800 mm  $\varnothing$ , 7,7 m langen Regeneratoren und einem elektrisch beheizten Vorheizer, bestehend aus 10 Röhren 24/44,5  $\varnothing$  N10 und 1 Rohr 22/48  $\varnothing$  N8, 10 m lang, durchgeführt.

Das Reaktionsprodukt wurde nach Abtrennung des Kreislaufgases mit einer Zwischenentspannung auf 50 Atmosphären auf 1 Atmosphäre herunterentspannt.

Für Temperaturmessung waren 12 Thermo-Neßstellen und für die Regelung der Temperatur im Ofen waren 5 Kaltwasszuführungen eingebaut.

Für Einstellung des Schwefelgehaltes im Einspritsprodukt wurde das Mittelöl niederdruckseitig durch Hindurchleiten durch einen mit Stückschwefel angefüllten Turm geschwefelt. Eine vorgeschaltete Dampfbohrlochlanghe ermöglichte die Einstellung einer bestimmten Lüftungstemperatur. Der Schwefelgehalt des Einspritsproduktes wurde auf diese Weise im Mittel um 0,15 - 0,20 % erhöht.



Tabelle 1.

Wettersubstanzen des Eluxitinsproduktes A.

| Datum                   | 8.10.41   | 14.10.41  |
|-------------------------|-----------|-----------|
| Spez.Gewicht/15°C       | 0,916     | 0,914     |
| Anilinpunkt I °C        | -6,1      | -7,8      |
| Phenole %               | 15,82     | 15,0      |
| Jodzahl                 | 68,9      | 68,6      |
| <u>Siedeanalyse</u>     |           |           |
| (100 Mgler)             |           |           |
| Siedebeginn °C          | 62        | 62        |
| % -70°C                 | 1,61      | 1,60      |
| % -100°C                | 6,70      | 6,53      |
| % -125°C                | 11,47     | 11,12     |
| % -150°C                | 16,72     | 17,22     |
| % -180°C                | 26,06     | 26,21     |
| % -200°C                | 35,78     | 34,21     |
| % -225°C                | 46,88     | 46,88     |
| % -250°C                | 59,80     | 58,44     |
| % -275°C                | 72,10     | 72,38     |
| % -300°C                | 87,42     | 87,71     |
| Endpunkt °C/%           | 321/96,40 | 320/96,41 |
| Rückstand %             | 3,00      | 3,00      |
| Verlust %               | 0,60      | 0,59      |
| <u>Elementaranalyse</u> |           |           |
| % C                     | 85,02     | 85,38     |
| % H                     | 10,67     | 10,53     |
| % O                     | 3,29      | 3,28      |
| % N                     | 0,77      | 0,61      |
| % S                     | 0,24      | 0,27      |
| % Cl                    | 0,01      | 0,01      |
| Heizwert cal            | 9453      | 9451      |
| Verbrennungswärme cal   | 10009     | 10000     |

Tabelle 1a.

Untersuchungen des Kieselwasserproduktes A, entkeimert.

Produkt A, entkeimert vom 8.10.41.

Spez. Gewicht/15° 0,809  
 Anilinpunkt I -5,5°  
 Ungeklärte % 12,8

| Fraktionen    | Gew. %  | Spez. Gewicht<br>15° | Anilinpunkt I<br>° |
|---------------|---------|----------------------|--------------------|
| - 25°         |         |                      |                    |
| 75 - 100      | 11,6    | 0,720                | +35,8              |
| 100 - 120     | 4,6     | 0,779                | +32,8              |
| 120 - 140     | 4,8     | 0,798                | +16,7              |
| 140 - 160     | 4,8     | 0,827                | +8,7               |
| 160 - 180     | 5,2     | 0,855                | +1,2               |
| 180 - 200     | 6,2     | 0,880                | -5,2               |
| 200 - 225     | 8,7     | 0,920                | -17,8              |
| 225 - 250     | 11,8    | 0,939                | -24,8              |
| 250 - 275     | 15,8    | 0,960                | -27,8              |
| 275 - 300     | 12,8    | 0,980                | -30,2              |
| Rückstand 0/° | 220/2,2 | 1,000                | -39,4              |
| Rückstand %   | 5,1     |                      |                    |
| Verlust %     | 6,9     |                      |                    |

Produkt A, entkeimert vom 14.10.41.

Spez. Gewicht/15° 0,808  
 Anilinpunkt I -5,8  
 Ungeklärte % 11,0

| Fraktionen  | Gew. % | Spez. Gewicht<br>15° | Anilinpunkt I<br>° |
|-------------|--------|----------------------|--------------------|
| - 100°      |        |                      |                    |
| 100 - 120   | 12,0   | 0,750                | +35,4              |
| 120 - 140   | 6,4    | 0,778                | +23,0              |
| 140 - 160   | 4,0    | 0,796                | +16,4              |
| 160 - 180   | 5,0    | 0,819                | +10,6              |
| 180 - 200   | 5,8    | 0,840                | -0,2               |
| 200 - 225   | 14,3   | 0,897                | -11,8              |
| 225 - 250   | 7,8    | 0,930                | -20,6              |
| 250 - 275   | 15,4   | 0,958                | -25,8              |
| 275 - 300   | 13,0   | 0,976                | -27,6              |
| 300 - 320   | 11,1   | 0,992                | -28,6              |
| Rückstand % | 6,5    | 0,992/50°            |                    |
| Verlust %   | -      |                      |                    |

Tabelle 2.

Untersuchungen des Abstrahiers des Vorhydrierungsolens

Kessel 501 aus Produkt A.

| Datum                            | 8.10.41   | 14.10.41. |
|----------------------------------|-----------|-----------|
| Spez. Gewicht/15°                | 0,828     | 0,825     |
| Anilinpunkt I                    | +35,2°    | +35,5°    |
| Feinheit                         | 9,8       | 6,7       |
| Heizwert cal                     | 10 220    | 10 255    |
| Verbrennungswärme                | 10 938    | 11 001    |
| Kieselanalyse<br>(100 gr. Ägler) |           |           |
| Siedetemp. °C                    | 60        | 58        |
| % < 70°                          | 1,09      | 0,96      |
| % < 100°                         | 7,89      | 6,25      |
| % < 120°                         | 19,22     | 18,47     |
| % < 150°                         | 20,45     | 29,40     |
| % < 180°                         | 48,12     | 41,00     |
| % < 200°                         | 52,87     | 50,21     |
| % < 225°                         | 63,85     | 60,64     |
| % < 250°                         | 77,10     | 78,24     |
| % < 275°                         | 90,30     | 87,09     |
| % < 300°                         | 98,10     | 96,79     |
| Rückstand 0/°                    | 200/22,10 | 98,48     |
| Rückstand %                      | 1,65      | 1,50      |
| Verlust %                        | 0,25      | 0,02      |
| Abschmelztemp.                   |           |           |
| % < 175°                         | 42,5      | 43,7      |
| % > 175°                         | 57,2      | 56,1      |
| % Verlust                        | 0,3       | 0,2       |
| Elementaranalyse                 |           |           |
| % C                              | 84,74     | 86,47     |
| % H                              | 13,20     | 13,66     |
| % N                              | 0,00      | 0,00      |
| % S                              | 0,028     | 0,027     |
| % Cl                             | < 0,02    | < 0,01    |
|                                  | < 0,01    | < 0,01    |

**Tabelle 2a.**

**Sortierung des Abstreiferproduktes in Fraktionen.**

Abstreiferprodukt vom 8.10.41.

| Fraktionen | Gew. % | Spez. Gew.<br>+ 15° | Anilin-<br>frakt. I °C | Anilin-<br>frakt. II °C |
|------------|--------|---------------------|------------------------|-------------------------|
| 75 - 75    | 8,6    | 0,675               | -                      | -                       |
| 75 - 100   | 11,0   | 0,735               | + 39,4                 | + 48,8                  |
| 100 - 100  | 8,6    | 0,735               | + 40,0                 | + 48,8                  |
| 120 - 120  | 8,6    | 0,731               | + 42,8                 | + 50,7                  |
| 140 - 140  | 7,4    | 0,801               | + 42,8                 | + 51,7                  |
| 160 - 160  | 5,3    | 0,825               | + 41,8                 | + 51,2                  |
| 180 - 180  | 11,2   | 0,845               | + 42,8                 | + 50,7                  |
| 200 - 200  | 8,7    | 0,845               | + 43,7                 |                         |
| 220 - 220  | 8,3    | 0,880               | + 45,5                 |                         |
| 240 - 240  | 14,9   | 0,900               | + 45,8                 |                         |
| 275 - 275  | 7,8    | 0,910               | + 51,2                 |                         |
| 275 - 300  | 8,4    | 0,916               | + 55,3                 |                         |
| Rückstand  |        |                     |                        |                         |
| Verlust    | 1,3    |                     |                        |                         |

Abstreiferprodukt vom 14.10.41.

| Fraktionen | Gew. % | Spez. Gew.<br>+ 15° | Anilin-<br>frakt. I °C | Anilin-<br>frakt. II °C |
|------------|--------|---------------------|------------------------|-------------------------|
| 70 - 70    | 4,0    | 0,675               | -                      | -                       |
| 70 - 100   | 28,2   | 0,745               | + 40,8                 | + 48,8                  |
| 100 - 100  | 8,0    | 0,768               | + 41,8                 | + 48,0                  |
| 120 - 120  | 8,1    | 0,788               | + 44,4                 | + 50,4                  |
| 140 - 140  | 6,0    | 0,799               | + 44,2                 | + 51,3                  |
| 160 - 160  | 8,1    | 0,825               | + 45,8                 | + 50,2                  |
| 180 - 200  | 9,1    | 0,845               | + 44,8                 | + 50,6                  |
| 200 - 220  | 4,9    | 0,863               | + 47,8                 |                         |
| 220 - 220  | 12,9   | 0,875               | + 48,5                 |                         |
| 240 - 240  | 14,4   | 0,892               | + 50,8                 |                         |
| 275 - 275  | 8,8    | 0,906               | + 54,2                 |                         |
| 275 - 300  | 4,2    | 0,913               | + 51,2                 |                         |
| Rückstand  |        |                     |                        |                         |
| Verlust    | 0,2    |                     |                        |                         |

Tabelle 3.

Untersuchung des Benzins und des b-Mittelöles aus Produkt A.

| Benzin                      |           | b-Mittelöl            |           |
|-----------------------------|-----------|-----------------------|-----------|
| Datum                       | 8.10.41.  | Datum                 | 14.10.41  |
| Spez.-Gewicht/15°C          | 0,763     | Spez.-Gewicht/15°C    | 0,881     |
| Anilinpunkt I °C            | + 41,8    | Anilinpunkt I °C      | + 47,3    |
| Anilinpunkt II °C           | + 47,3    | Jodsahl               | + 50,2    |
| Kupfer-Streifen             | gut       | Ungesättigte %        | 9,7       |
| Dokortest                   | negativ   | Heizwert cal          | 10 196    |
| Kupfer-Schale + Pb, mg      | 0,9       | Verbrennungswärme cal | 10 861    |
| Dampfdruck atm              | 0,386     | Siedekurve            |           |
| Ungesättigte %              | 0,25      | (100 g Ängler)        |           |
| Brechung n <sub>D</sub> 20° | 1,4218    | Siedebeginn           | 192       |
| Jodsahl                     | 1,9       | % -200 °C             | 0,99      |
| Heizwert cal                | 10 411    | % -225 °C             | 30,12     |
| Verbrennungswärme cal       | 11 187    | % -250 °C             | 55,52     |
| Oktanahl:                   |           | % -275 °C             | 80,45     |
| Research-Methode + 0,12 Pb  | 64/-      | % -300 °C             | 94,31     |
| Motor-Methode + 0,12 Pb     | 62,7/82,5 | Endpunkt °C/%         | 313/98,37 |
| Bombentest                  | gut       | Rückstand %           | 312/96,81 |
| Glasschale mg vorher        | 0,4       | Verlust %             | 2,60      |
| " mg nachher                | 2,0       |                       | 0,59      |
| Siedekurve A.S.T.M.         |           |                       |           |
| Siedebeginn °C              | 50        |                       |           |
| % - 60 °C                   | 1,0       |                       |           |
| % - 70 °C                   | 2,2       |                       |           |
| % - 80 °C                   | 6,8       |                       |           |
| % - 90 °C                   | 15,0      |                       |           |
| % - 100 °C                  | 29,5      |                       |           |
| % - 110 °C                  | 46,7      |                       |           |
| % - 120 °C                  | 59,3      |                       |           |
| % - 130 °C                  | 68,0      |                       |           |
| % - 140 °C                  | 77,0      |                       |           |
| % - 150 °C                  | 85,0      |                       |           |
| % - 160 °C                  | 92,0      |                       |           |
| % - 170 °C                  | 95,0      |                       |           |
| Klementaranalyse.           |           |                       |           |
| % C                         | 86,92     |                       |           |
| % H                         | 13,02     |                       |           |
| % O                         | 0,03      |                       |           |
| % S                         | 0,011     |                       |           |
| % Cl                        | <0,01     |                       |           |
|                             | <0,01     |                       |           |

0,01  
0,01  
0,01

0,01  
0,01  
0,01

15,0  
29,5  
46,1  
58,0  
77,0  
83,0  
91,0  
96,0  
173/98  
176/98  
1,2  
0,8

0,0  
-90  
-100  
-110  
-120  
-130  
-140  
-150  
-160  
-170  
Endpunkt  
Rückstand  
Verlust

Zusammensetzung des  
Benzolmisch

Paraffine %  
Naphthene %  
Aromaten %  
Ungesättigte %

Elementaranalyse.

% C  
% H  
% O  
% N  
% S  
% Cl

23,5  
69,0  
7,0  
0,5  
85,69  
14,37  
0,00  
0,020  
0,01  
0,01

- 15 -

Tabelle 4.

Untersuchungen des Pinnritanproduktes B.

| Datum                   | 16.10.41  | 19.10.41  |
|-------------------------|-----------|-----------|
| Spez. Gewicht/15°C      | 0,936     | 0,936     |
| Anilinpunkt I °C        | +13,6     | +13,8     |
| Phenole %               | 11,5      | 15,7      |
| Jodzahl                 | 76,0      | 76,1      |
| <b>Stoffanalyse</b>     |           |           |
| (100 gr Angler)         |           |           |
| Siedebeginn °C          | 59        | 56        |
| -70 °C                  | 1,87      | 1,10      |
| -100 °C                 | 3,23      | 3,67      |
| -125 °C                 | 6,17      | 6,86      |
| -150 °C                 | 10,44     | 10,93     |
| -175 °C                 | 16,14     | 16,41     |
| -200 °C                 | 17,87     | 17,90     |
| -225 °C                 | 24,22     | 23,24     |
| -250 °C                 | 39,87     | 42,31     |
| -275 °C                 | 55,50     | 56,56     |
| -300 °C                 | 71,20     | 70,42     |
| -320 °C                 | 86,50     | 86,47     |
| Endpunkt °C             | 322/97,99 | 320/98,47 |
| Rückstand %             | 1,96      | 2,55      |
| Verlust %               | 0,05      | 0,83      |
| <b>Elementaranalyse</b> |           |           |
| % C                     | 85,00     | 85,96     |
| % H                     | 9,81      | 9,96      |
| % O                     | 2,73      | 3,00      |
| % N                     | 0,28      | 0,79      |
| % S                     | 0,53      | 0,86      |
| % Cl                    | 0,01      | 0,011     |
| Heizwert cal            | 9460      | 9448      |
| Verbrennungswärme cal   | 9995      | 9983      |

- 16 -

Tabelle 4a.

Untersuchungen des Pinnritanproduktes B. entbenzoliert.

Produkt B. entbenzoliert von 16.10.41.

Spez. Gewicht/15°C 0,924  
Anilinpunkt I -15°C  
Ungesättigte % 13,5

| Fractionen   | Gew. % | Spez. Gewicht/15°C | Anilinpunkt I °C |
|--------------|--------|--------------------|------------------|
| 100 - 100 °C | 4,7    | 0,730              | + 37,8           |
| 100 - 120 °C | 4,3    | 0,797              | + 25,1           |
| 120 - 140 °C | 3,7    | 0,797              | + 18,0           |
| 140 - 160 °C | 2,2    | 0,823              | + 9,8            |
| 160 - 180 °C | 5,1    | 0,834              | + 0,4            |
| 180 - 200 °C | 4,7    | 0,832              | + 7,6            |
| 200 - 225 °C | 7,8    | 0,924              | + 15,6           |
| 225 - 250 °C | 17,8   | 0,948              | + 23,4           |
| 250 - 275 °C | 15,0   | 0,944              | + 27,8           |
| 275 - 300 °C | 14,8   | 0,974              | + 28,8           |
| 300 - 320 °C | 10,7   | 1,006              | + 23,4           |
| Rückstand %  | 7,0    | 1,026              | -                |
| Verlust %    | 0,4    |                    |                  |

Produkt B. entbenzoliert von 19.10.41.

Spez. Gewicht/15°C 0,924  
Anilinpunkt I -15°C  
Ungesättigte % 10,5

| Fractionen   | Gew. % | Spez. Gewicht/15°C | Anilinpunkt I °C |
|--------------|--------|--------------------|------------------|
| 100 - 100 °C | 4,75   | 0,722              | + 40,5           |
| 100 - 120 °C | 6,10   | 0,776              | + 25,5           |
| 120 - 140 °C | 1,50   | 0,796              | + 18,8           |
| 140 - 160 °C | 4,00   | 0,838              | + 6,1            |
| 160 - 180 °C | 6,00   | 0,874              | + 2,1            |
| 180 - 200 °C | 10,25  | 0,912              | + 14,8           |
| 200 - 225 °C | 13,80  | 0,944              | + 23,4           |
| 225 - 250 °C | 15,80  | 0,961              | + 28,8           |
| 250 - 275 °C | 15,25  | 0,982              | + 29,8           |
| 275 - 300 °C | 14,10  | 1,002              | + 23,4           |
| Rückstand %  | 4,08   | 1,037              | -                |
| Verlust %    | 0,20   |                    |                  |

Tabelle A.

Unternehmungen des Abtreifers aus Produkt B.

| Datum                   | 16.10.41          | 19.10.41  |
|-------------------------|-------------------|-----------|
| Spec. Gewicht / 15°C    | 0,840             | 0,849     |
| Anilinpunkt I           | + 44,5            | + 46,5    |
| Jedzahl                 | 8,1               | 4,6       |
| Reiswert cal            | 10 237            | 10 187    |
| Verbrennungswärme cal   | 10 955            | 10 921    |
| <u>Siedeanalyse</u>     |                   |           |
| (100 gr Engler)         |                   |           |
| Siedebeginn °C          | 65                | 70        |
| % - 70°C                | 0,45              | -         |
| % - 100°C               | 5,56              | 2,75      |
| % - 125°C               | 14,50             | 8,70      |
| % - 150°C               | 22,25             | 15,97     |
| % - 170°C               | 32,27             |           |
| % - 180°C               | 36,13             | 26,60     |
| % - 200°C               | 43,70             | 37,75     |
| % - 225°C               | 53,60             | 55,45     |
| % - 250°C               | 72,00             | 71,02     |
| % - 275°C               | 86,99             | 88,55     |
| % - 300°C               | 95,43             | 96,20     |
| Endpunkt °C/%           | 302/97,55         | 302/97,82 |
| Reststand %             | 1,75              | 2,00      |
| Verlust %               | 0,92              | 0,18      |
| <u>A hr-Markierung</u>  |                   |           |
| % - 175°C               | 57,5              | 26,9      |
| % > 175°C               | 62,4              | 72,4      |
| Verlust %               | 0,5               | 0,7       |
| <u>Elementaranalyse</u> |                   |           |
| % C                     | 83,51             | 84,52     |
| % H                     | 15,49             | 15,40     |
| % O                     | 0,00              | 0,04      |
| % N                     | nicht nachweisbar | 0,024     |
| % S                     | < 0,01            | < 0,01    |
| % Cl                    | < 0,01            | < 0,01    |

- 18 -

Tabella No.Sortierung des Abstreifers aus Produkt 2 in Fraktionen.

Abstreiferprodukt vom 16.10.41.

| Fraktionen | Gew. % | Spez. Gew.<br>15°C | Schmelzpunkt °C |
|------------|--------|--------------------|-----------------|
| 70 - 70    | 3,6    | 0,644              | -               |
| 70 - 100   | 9,4    | 0,753              | + 30,2          |
| 100 - 120  | 5,7    | 0,769              | + 40,9          |
| 120 - 140  | 5,0    | 0,782              | + 41,6          |
| 140 - 160  | 6,0    | 0,799              | + 41,8          |
| 160 - 180  | 6,5    | 0,830              | + 42,7          |
| 180 - 200  | 13,6   | 0,850              | + 42,2          |
| 200 - 220  | 4,3    | 0,866              | + 45,4          |
| 220 - 240  | 13,6   | 0,874              | + 45,3          |
| 240 - 270  | 17,6   | 0,890              | + 50,9          |
| 270 - 300  | 9,5    | 0,904              | + 51,5          |
| Rückstand  | 4,6    | 0,912              | -               |
| Verlust    | 0,4    |                    |                 |

Abstreiferprodukt vom 19.10.41.

| Fraktionen | Gew. % | Spez. Gew.<br>15°C | Schmelzpunkt °C |
|------------|--------|--------------------|-----------------|
| 70 - 70    | 1,4    | 0,640              | -               |
| 70 - 100   | 7,7    | 0,757              | + 30,0          |
| 100 - 120  | 3,7    | 0,764              | + 41,0          |
| 120 - 140  | 3,6    | 0,782              | + 41,0          |
| 140 - 160  | 4,0    | 0,799              | + 41,8          |
| 160 - 180  | 6,0    | 0,835              | + 41,8          |
| 180 - 200  | 15,4   | 0,855              | + 41,8          |
| 200 - 220  | 11,0   | 0,895              | + 47,0          |
| 220 - 240  | 6,9    | 0,894              | + 50,7          |
| 240 - 270  | 21,7   | 0,895              | + 52,8          |
| 270 - 300  | 10,0   | 0,902              | + 53,6          |
| Rückstand  | 4,0    | 0,910              |                 |
| Verlust    | 0,8    |                    |                 |



Tabelle 6.

Untersuchung des Benzins und des b-Mittelbleies aus Produkt B.

| Benzin                        |                   | b-Mittelblei |          |
|-------------------------------|-------------------|--------------|----------|
| Datum                         |                   | 16.10.41     | 19.10.41 |
| Spez. Gewicht/15°C            | 0,773             | 0,777        |          |
| Anilinpunkt I °C              | + 41,0            | + 41,2       |          |
| Anilinpunkt I °C              | + 46,3            | + 46,2       |          |
| Kupfer-Streifen               | gut               | gut          |          |
| Dokortest                     | negativ           | negativ      |          |
| Kupfer-Schale + Pb. Mg        | 3,1               | 4,6          |          |
| Dampfdruck mm                 | 0,358             | 0,348        |          |
| Ungeküttigte %                | 0,0               | 0,5          |          |
| Brechung n <sub>D</sub> /20°C | 1,4268            | 1,4261       |          |
| Jodzahl                       | 2,5               | 1,1          |          |
| Heiswert cal                  | 10 370            | 10 357       |          |
| Verbrennungswärme cal         | 11 135            | 11 125       |          |
| Oktanzahl:                    |                   |              |          |
| Research-Methode + 0,12 Pb    | 61,0/83,0         | 62,0/-       |          |
| Motor-Methode + 0,12 Pb       | 60,7/82,7         | 62,7/81,7    |          |
| Bombentest                    | gut               | gut          |          |
| Glasschale vorher mg          | 0,0               | 0,5          |          |
| " nachher mg                  | 8,0               | 5,8          |          |
| Siedekurve A.S.T.M.           |                   |              |          |
| Siedebeginn °C                | 51                | 58           |          |
| % - 60 °C                     | 0,8               |              |          |
| % - 70 °C                     | 2,0               |              |          |
| % - 80 °C                     | 6,0               |              |          |
| % - 90 °C                     | 13,0              |              |          |
| % - 100 °C                    | 25,0              |              |          |
| % - 110 °C                    | 40,0              |              |          |
| % - 120 °C                    | 52,0              |              |          |
| % - 130 °C                    | 62,0              |              |          |
| % - 140 °C                    | 73,0              |              |          |
| % - 150 °C                    | 79,0              |              |          |
| % - 160 °C                    | 88,5              |              |          |
| % - 170 °C                    | 90,0              |              |          |
| Elementaranalyse:             |                   |              |          |
| % C                           | 86,03             | 86,72        |          |
| % H                           | 14,16             | 12,93        |          |
| % O                           | 0,00              | 0,02         |          |
| % N                           | nicht nachweisbar | 0,012        |          |
| % S                           | <0,01             | <0,01        |          |
| % Cl                          | <0,01             | <0,01        |          |

Tabelle 7.

Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe der Vergasung.

|             | Vol. % | Gew. % |
|-------------|--------|--------|
| $C_2H_4$    | 0,07   | 0,08   |
| $C_3H_6$    | 0,06   | 0,07   |
| $C_4H_8$    | 0,12   | 0,18   |
| $C_5H_{10}$ | 38,98  | 17,50  |
| $C_6H_{12}$ | 18,40  | 10,40  |
| $C_7H_{14}$ | 17,90  | 22,20  |
| $C_{8-10}$  | 50,50  | 49,60  |

Das mittlere C der Gesamtvergasung beträgt 2,40.

Tabelle 6.

Untersuchung des Benzins und des b-Mittelbleies aus Produkt B.

| Benzin                        |                   | b-Mittelblei |          |
|-------------------------------|-------------------|--------------|----------|
| Datum                         |                   | 16.10.41     | 19.10.41 |
| Spez. Gewicht/15°C            | 0,773             | 0,777        |          |
| Anilinpunkt I °C              | + 41,0            | + 41,2       |          |
| Anilinpunkt I °C              | + 46,3            | + 46,2       |          |
| Kupfer-Streifen               | gut               | gut          |          |
| Dokortest                     | negativ           | negativ      |          |
| Kupfer-Schale + Pb. Mg        | 3,1               | 4,6          |          |
| Dampfdruck mm                 | 0,358             | 0,348        |          |
| Ungeküttigte %                | 0,0               | 0,5          |          |
| Brechung n <sub>D</sub> /20°C | 1,4268            | 1,4261       |          |
| Jodzahl                       | 2,5               | 1,1          |          |
| Heiswert cal                  | 10 370            | 10 357       |          |
| Verbrennungswärme cal         | 11 135            | 11 125       |          |
| Oktanzahl:                    |                   |              |          |
| Research-Methode + 0,12 Pb    | 61,0/83,0         | 62,0/-       |          |
| Motor-Methode + 0,12 Pb       | 60,7/82,7         | 62,7/81,7    |          |
| Bombentest                    | gut               | gut          |          |
| Glasschale vorher mg          | 0,0               | 0,5          |          |
| " nachher mg                  | 8,0               | 5,8          |          |
| Siedekurve A.S.T.M.           |                   |              |          |
| Siedebeginn °C                | 51                | 58           |          |
| % - 60 °C                     | 0,8               |              |          |
| % - 70 °C                     | 2,0               |              |          |
| % - 80 °C                     | 6,0               |              |          |
| % - 90 °C                     | 13,0              |              |          |
| % - 100 °C                    | 25,0              |              |          |
| % - 110 °C                    | 40,0              |              |          |
| % - 120 °C                    | 52,0              |              |          |
| % - 130 °C                    | 62,0              |              |          |
| % - 140 °C                    | 73,0              |              |          |
| % - 150 °C                    | 79,0              |              |          |
| % - 160 °C                    | 88,5              |              |          |
| % - 170 °C                    | 90,0              |              |          |
| Elementaranalyse:             |                   |              |          |
| % C                           | 86,03             | 86,72        |          |
| % H                           | 14,16             | 12,93        |          |
| % O                           | 0,00              | 0,02         |          |
| % N                           | nicht nachweisbar | 0,012        |          |
| % S                           | <0,01             | <0,01        |          |
| % Cl                          | <0,01             | <0,01        |          |

Tabelle 7.

Zusammensetzung der Kohlenwasserstoffe der Vergasung.

|             | Vol. % | Gew. % |
|-------------|--------|--------|
| $C_2H_4$    | 0,07   | 0,08   |
| $C_3H_6$    | 0,06   | 0,07   |
| $C_4H_8$    | 0,12   | 0,18   |
| $C_5H_{10}$ | 38,98  | 17,50  |
| $C_6H_{12}$ | 18,40  | 10,40  |
| $C_7H_{14}$ | 17,90  | 22,20  |
| $C_{8-10}$  | 50,50  | 49,60  |

Das mittlere C der Gesamtvergasung beträgt 2,40.

TITLE PAGE

27. Notiz über Besprechung am 30.1.1942 in Lu über die  
Verarbeitung von Brüer Teer.

Memo on the conference held in Ludwigshafen on  
30.1.1942, about the processing of Bru tar.  
30.1.1942.

Frane Nos. 288 - 294

27

Notiz über die Besprechung am 30.1.1942 in Lu  
über die Verarbeitung von Bräuer Teer.

1) Destillation.

Nach den Erfahrungen von Dr. Büllein, Leuna, ist der Teer zu temperaturempfindlich, um in einer kontinuierlichen Röhrendestillation durchgesetzt werden zu können.

2) Hochdruck.

a) In Leuna ist der Teer in einem Versuch mit Schwefelsäure und bei niedriger Reischlangentemperatur (22 MV) drei Wochen lang gefahren worden, ohne dass nennenswerte Verkrustung auftrat.

b) Versuche in Leuna ohne Schwefelsäure hatten Verkrustung durch vorwiegend anorganische Substanz (Eisensulfid) ergeben, die vermutlich durch Zersetzung von Eisenchlorid entstanden war.

c) In den Versuchen in Ludwigshafen und Pölitz bei höherer Schlangentemperatur war die Verkrustung stärker. Der Ansatz bestand zu einem größeren Teil aus organischer Substanz. Die Verkrustung hätte sich vermutlich schon durch Verbesserung der Strömungsverhältnisse, wenn auch unter Verzicht auf einen Teil der sehr hohen Leistung, nicht unerheblich zurückdrängen lassen.

Die Ergebnisse waren überall praktisch die gleichen (Neuleistung 0,5 - 0,6).

Auf Grund der Versuche bestand in der Besprechung Einigkeit darüber, dass es gelingen muss, Fahrbedingungen für eine störungsfreie Verarbeitung von Bräuer Teer zu finden, zumal der Teer eine hohe Viskosität zeigt und daher keiner allzu weitgehenden Aufheizung bedarf und da die Strömungsverhältnisse im Grossbetrieb ein Verkrusten weniger begünstigen. Zu diesem Zweck wurden weitere Versuche mit niedriger Verheizer Temperatur und Zusatz von elementarem Schwefel abgesprochen.

Der ungünstig verlaufene Versuch mit Schwefelsäure in Pölitz ist insoweit nicht einwandfrei, als die Schlange vor dem Litera nicht völlig sauber gespült war und der Verheizer zu hoch beheizt wurde (Bad-Element bis 26 MV).

gez. Hupfer  
v. Hartmann  
Simon

19911

### Bearbeitung am 30.1.1948 in Ia 558

#### Nach der Verarbeitung von Brüner Teer.

Anwesend: Dr. Dilllein, Leuna  
Dr. Rathwölker, Pulitz  
Dr. Simon, La  
Gering, (seitweise)  
v. Hartmann  
Grassl  
Schiffmann  
Hugger

#### 1. Nachbehandlung des Teeres.

Versuche mit Teer der kürzlich angefahrenen Schw. drei Brz sind von Pulitz und La bei 400 atm, von Ha bei 300 atm ange stellt worden. Die den einzelnen Versuchsstellen zugegangenen Teer sendungen unterschieden sich nicht allzu sehr voneinander, dage gen enthielten die nördlich mehr Asphalt und Phenole als die früher probierten aus Brüner Kühle gewonnenen Teere.<sup>1)</sup>

| Nachbehandlung Stelle               | La      | Ha      | La      | Ha      |
|-------------------------------------|---------|---------|---------|---------|
| Anzahl der Proben                   | 12.1.48 | 11.1.48 | 12.1.48 | 11.1.48 |
| Spezialschmelze                     | 1,007   | 1,030   | 1,007   | 1,008   |
| Kesselfestes                        | 0,67    | 0,5     | 0,5     | 1,2     |
| Asche in Gesamt                     | 0,5     | 0,1     | 0,1     | -       |
| in Öl                               | 0,4     | 11,5    | 14,0    | 12,5    |
| in Öl - 350°                        | 34,1    | 24,8    | 24      | 24      |
| Mittelöl - 350° spez. Gew./20°      | 0,979   | 1,000   | -       | -       |
| Phenole                             | 27      | 15-21   | -       | 24      |
| Mittelöl extrahiert, spez. Gew./20° | 0,918   | 0,977   | -       | 0,943   |
| Asphaltgehalt                       | 11,5    | 24,8    | -       | 14      |
| Schwefel spez. Gew./20°             | 0,971   | 1,005   | -       | 1,016   |
| Phenole in Gesamt                   | -       | -       | 24      | -       |
| Paraffin                            | -       | 5       | -       | 5,2     |
| Festes (Xylol-Alkohol) in Original  | -       | -       | 0,18    | -       |
| in geschloss-                       | -       | -       | -       | -       |
| derten Teer                         | -       | -       | 0,02    | -       |

19 imwischen in Pulitz eingetroffene Kesselwagen enthielten in Durchschnitt 18 % Asphalt und 28 % Phenole, in Mittelöl.

2) Die Analyse nach La und Ha genannten Proben waren einander

sehr ähnlich.

Dilllein:

#### 2. Destillationsversuche.

Destillationsversuche sind mit früheren Teerproben in einer Pipe-Still-Anlage unter Atmosphärendruck vorgenommen worden. Nach 8 Std. hatten sich die Raschigringe zugesetzt, die Schlange war nicht ausgegangen. Schon das Erhitzen im Labor. auf 330 - 350° liess das Pyridinfeste und den Asphaltgehalt ansteigen. Die neue Probe zeigte sich im Labor. noch wärme empfindlicher. Offensichtlich handelt es sich um „ungereiften“ Teer. Korrosion wurde bei der Destillation nicht beobachtet, dagegen von der Materialprüfung im besonderen Versuchen fest gestellt. Aufheizversuche in einer Schlange im Kleibad zeigten mit verschiedenen Sendungen des Teeres sehr unterschied liche Ergebnisse. Die Gründe hierfür waren nicht festzustellen.

Die Verdünnung mit Abstreifer dürfte keine Verbesserung bringen, denn mit Rückführung über 330° ging die Destillation noch schneller zu.

v. Hartmann: Der Brüner Teer hat sich sowohl jetzt wie früher in der Blase in La störungsfrei und mit normalen Verlusten destillieren lassen. Von der neuen Sendung wurden in einer Blase 49 % - Mittelölgehalt - 350° abgefahren. Dass dabei eine Kruckung stattgefunden hat, zeigt die Analyse des Rückstandes:

|                                     |   |     |
|-------------------------------------|---|-----|
| Festes (Benzol und Tetralin-Kresol) | % | 6,9 |
| o-Asphalt in Öl                     | % | 20  |
| - 350°                              | % | 15  |

Dilllein: Ein solcher Rückstand würde eine kontinuierliche Anlage verstopfen und auch aus einer Blasendestillation keinen flüssigen Rückstand lassen. Es kommt demnach s.B. höchstens eine Vakuumdestillation in Frage. Andere Destillationsversuche erscheinen zwecklos.

v. Hartmann: Mit es demgegenüber für nicht ausgeschlossen, dass sich ge eignete Bedingungen für eine kontinuierliche Blasendestilla tion des Teeres finden lassen.

Simon: Eine Änderung der Teerkondensation im Brz käme nur dann in Frage, wenn dies für den Hochdruck greifbare Vorteile bringen würde.

-3-

- 3 -

#### 3. Extraktionsversuche.

Die Einzelheiten über die verschiedenen Versuche zur hydrierenden Verarbeitung sind in der obliegenden Tabelle auf geführt.

v. Hartmann: In Vers. 11. Der Versuch ist störungsfrei gelaufen. Die Dreischlange hatte nach Ausbau am Ausgang eine leichte Weite von 5 mm gegen 10 mm bei Einbau, die Volumenzunahme betrug 50 %. Die Kruste hat daher über die ganze Länge gleichmässig zuge nommen, ebenso nach im Übergang zum Ofen hin.

In Vers. 12. Nach 10 Tagen wurde auf Kontakt aus Brüner Grude umgestellt. Der Ausbau war nicht einwandfrei, da Druck differenz wohl im Ofen unten auftrat und die Schlange schliess lich zuging. Die Schlange hatte am Ein- und Ausgang das gleiche Aussehen wie nach dem 1. Versuch. Wenn man annimmt, dass die Verkrustung gleicher Art<sup>1)</sup> war, dann errechnet sich die Volu menzunahme zu ca. 30 %. Das wäre zwar günstiger als im 1. Ver such, doch lässt sich hieraus noch nicht mit genügender Sicher heit auf einwandfreie Verarbeitbarkeit des Teeres nach diesen Bedingungen schliessen. Nach gleicher Fahrzeit beträgt bei der Steinkohlshydrierung die Volumenzunahme nur rd. 15 %.

Dilllein: In Vers. 13. Nach 4 Tagen trat Druckdifferenz in der Vorheischlange auf. Die Schlange war praktisch ausgegangen. Sie wurde zerlegt, ausgebohrt und mit einem Magnet das Eisenpulver entfernt. Die Schlange enthielt 330 g Kruste von folgender Zu sammensetzung:

|                 |       |
|-----------------|-------|
| Benzelfestes    | 92 %  |
| Pyridinfestes   | 91 %  |
| Asche i. Festen | 84 %  |
| darin Fe        | 53 %  |
| Sulfid-Schwefel | 80 %  |
| Gesamtschwefel  | 81 %  |
| CaO             | 0,5 % |

Das letzte Stück am Schlängeneingang war krustenfrei.

In Vers. 14. Mit Molybdänkontakt hat der Ofen besser gearbeitet, sodass die Temperatur niedriger gehalten werden konnte.

1) Analysen liegen noch nicht vor.

-4-

- 4 -

Die Schlange war beim Ausbau noch etwas stärker verkrustet.

|                           |        |
|---------------------------|--------|
| Benzol- und Pyridinfestes | 87 %   |
| darin Asche               | 84 %   |
| darin Fe                  | 50 %   |
| • Sulfid-Schwefel         | 20 %   |
| • Gesamtschwefel          | 29,5 % |
| • CaO                     | 0,8 %  |
| • CO <sub>2</sub>         | 0,8 %  |

Es hat sich demnach nicht um Kontaktabsetzen gehandelt, sondern vermutlich wurde im Teer vorhandenes Eisenphenolat ersetzt und angekrustet.

Im Vers. 51. Mit Schwefel wurden nur 65 g Kruste nach 8 Wochen Fahrzeit gefunden. Wahrscheinlich wird das bei dieser Fahrweise entstehende FeS durch den Ofen durchgeschwemmt.

Analysen der Kruste:

|                  |        |
|------------------|--------|
| Benzolfestes     | 96 %   |
| Pyridinfestes    | 97,5 % |
| darin Asche      | 80 %   |
| darin Fe         | 38 %   |
| • Gesamtschwefel | 21 %   |
| • CaO            | 1 %    |

In einer Teerprobe wurden 84 mg Asche/100 g mit 23,7 % Fe gefunden, die sich nach 14 Tagen Aufenthalt im Kesselwagen auf 107 mg Asche/100 g mit 22,9 % Fe erhöhten. Der Fe-Gehalt hat also in dieser Zeit von 19 auf 23,7 mg/100 g Teer zugenommen, was erhebliche Korrosion anzeigt.

Zugabe von Schwefel zur Verminderung des Eisenabsetzens hat sich auch bei Steinkohlenteer aus Kassel und bei Rheinischer Braunkohle bewährt. Zwar bewirkt elementarer Schwefel Polymerisationen aber die Vorteile - einschliesslich der Kontaktwirkung - überwiegen. Brüner Teer wurde auch durch Sättigen mit H<sub>2</sub>S auf 0,66 % S gebracht. Der Effekt war geringer als der von elementarem Schwefel.

Hartmann Bei diesen Versuchen von Leuna war das Rückföhrgleichgewicht nicht erreicht. Nach Durchsatz und Leistung ist auf einen Schwefelüberschuss von rd. 50 % gefahren worden.

Entwickler: Durchsatz 2,0 wäre technisch kaum erreichbar.

Im Vers. 51. Die Schlange war zu 33 % zu und nahm auch

durch Anschlußern nicht wieder das Anfangsvolumen an. Die Kruste scheint also n.F. organisch gewesen zu sein.

**Zu Vers. 71.** Der Versuch wurde abgestellt, weil die Temperaturdifferenz  $24/M_2$  so hoch gestiegen war, dass eine Schädigung der Schlange vermutet werden musste. Die Schlange hatte 44 % ihres Volumens verloren, doch liess sich mit  $H_2$  noch dickes teerartiges Produkt herauspressen. Da die Badelemente bis zu 26 mV angeregt haben, ist der Versuch hinsichtlich Vorheizerverkrustung nicht als massgeblich anzusehen.

**Sinsen:** Ähnliche Schwierigkeiten wie hier mit Nissen haben sich bei früheren TTH-Versuchen mit Teer gezeigt, der im versinkten Flüssen geliefert war. Die Kontaktschädigung durch Zn liess sich durch Verwendung eines kleinen Abscheiders zwischen Schlange und Ofen unterbinden.

Nach allgemeiner Ansicht muss es möglich sein, für den Brüxer Teer geeignete Verarbeitungsbedingungen zu finden. Da er eine recht hohe Würstzung zeigt, wird der Vorheizer niedrig gefahren werden können, wenn auch vielleicht nicht so tief, wie es in der Kleinapparatur Me unter Verwendung eines Bleibades gelang.

Folgende Versuche wurden abgesprochen:

Brüxer Teer Original auf Bensen und Mittelöl

- a) bei 200 atm (Me und Zn)
- b) bei 600 atm (Fe und Zn)

Bedingungen: Ofentemp. max. 24,5 mV  
Schlange " 26 mV bzw. so tief wie möglich.

Durchsatz rd. 1,5

Abschlammrückführung 1 : 0,5

Eisenkontakt a/Teer 0,5 %

Schwefel a/Teer 0,5 %

Festes im Abschlamm 25,5 %

Gas oben/kg Teer 2,5 %

Versuchsdauer je 3 Wochen.

Ferner soll versucht werden durch Me von Brüx mittelölarmen Teer zu erhalten, von dem vermutet wird, dass er weniger korrodiert und infolgedessen weniger Fe enthält. Mit diesem Teer wären entsprechende Versuche durchzuführen.

Zu wird weiterhin mit dem Originalteer einen Druckdestillationsversuch unternehmen und die chemische Entaschung mit  $H_2$  +

## Ertragsversuche mit Brüder Feer.

| Zfd.Nr.                     | 1         | 2                | 3     | 4     | 5 <sup>1)</sup>  | 6         | 7         |
|-----------------------------|-----------|------------------|-------|-------|------------------|-----------|-----------|
| Ausgeführt von              | La        | La               | Mo    | Mo    | Mo               | Fe        | Fe        |
| <b>Ertragsversuche</b>      |           |                  |       |       |                  |           |           |
| Brüder Feer                 | Orig.     | geteilt<br>-3500 | Orig. | Orig. | Orig.            | Orig.     | Orig.     |
| Druck atm                   | 600       | 600              | 500   | 500   | 500              | 600       | 600       |
| Druck atm                   | 1,5       | 0,75             | 2,0   | 2,0   | 2,0              | 1,5       | 1,5       |
| Schwerölrückführung         | 70:80     | 70:80            | 0     | 0     | 0 bzw.<br>75:85  | 75:85     | 75:85     |
| Abschlammrückführung        | 1:0,5     | 1:0,5            | 0     | 0     | 0 bzw.<br>1:0,25 | 1:0,5     | 1:0,5     |
| Gas cm/kg Feer              | 5         | 5                |       |       |                  | 5         | 5         |
| Kontakt Eisen-Grunde alk. % | 1,5       | 1,5              | 0,5   | -     | 0,5              | 0,5       | 0,5       |
| Molybdän-Grunde %           | -         | -                | -     | 0,25  | -                | -         | -         |
| Schwefel %                  | -         | -                | -     | -     | 0,5              | -         | 0,5       |
| Temperatur Schlange mV      | 23,5      | 23,5             | 23,2  | 21,9  | 22,0             | -         | -         |
| Ofen mV                     | 24,7      | 25,0             | 24,1  | 23,6  | 23,9             | 24,5      | 24,2      |
| Versuchsdauer Tage          | 25        | 17               | 4     | 4     | 4+4+15           | 30        | 18        |
| Ofen.Vol. Ltr.              | 8         | 8                | 4,1   | 4,1   | 4,1              | 4,0       | 4,0       |
| <b>Ertragsdaten</b>         |           |                  |       |       |                  |           |           |
| Sesseltleistung             | 1,2       | 0,66             | -     | -     | -                | 0,90-0,95 | 0,25-0,35 |
| Heuleistung -350°           | 0,58      | -                | 0,43  | 0,55  | 0,5 bzw.<br>0,55 | 0,38      | 0,42      |
| Vergasung %                 | 7         | 11,5             | -     | -     | -                | -         | -         |
| auf Heuleistung-Verg. %     | 14        | -                | -     | -     | -                | -         | -         |
| Brenn -300° in Ölgevin %    | 18        | 24               | -     | -     | -                | -         | -         |
| Heuabschlamm % v. Frischöl  | 12        | 8                | 2,5   | 1,25  | -                | 10        | 3-4       |
| Farbe                       | blau-grün | blau-grün        |       |       |                  |           |           |
| 12. Abschlamm % Feen        | 12-15     | 14               | 25    | 25    | -                | 6-7       | 15        |
| % Mittelöl                  | 40        | 30               | -     | -     | -                | 20        | -         |
| Asphaltabbau %              | 99        | 99               | -     | -     | -                | gut       | gut       |

- 1) a) 4 Tage ohne Rückführung,  
 b) 4 Tage mit v. Abschlamm  
 c) 15 Tage mit Rückführung v. Abschlamm und Schweröl.



TITLE PAGE

28. Qualitätsvergleich von Crack- und Hydrierbensinen  
aus Steinkohle-B-Mittelöl.  
Qualitative comparison between gasolines pro-  
duced from bituminous coal "B" middle oil by  
cracking, and by hydrogenation. 28.1.1942.

Frage Nos. 295 - 317

Reaktionsversuche  
im 750

28. Januar 1942 Hts/Ki

(28) Qualitätsvergleich von Crack- und Hydrierbensinen  
aus Steinkohle-B-Mittelöl.

ZUSAMMENFASSUNG.

Aus 5376-Vorhydrierungsmittelöl aus Oberschlesischer  
Kohle wurden zum genauen Qualitätsvergleich folgende Bensin-  
proben hergestellt:

Mit Terrana und mit synthetischem Al-Silikat herge-  
stellte Crackbensine sowie die gleichen Proben unter Aufhydrierung  
für Ungesättigten.

Mit Terranakontakten hergestellte 600 Atm- und 250 Atm-  
Hydrierbensine.

MD-Bensin mit 30 % Aromaten aus 250 Atm-Hydrierbensin.  
Von diesen Proben wurden Oktanzahlen von 20°-Fraktionen sowie  
von Gesamtrestbensin und von den Fraktionen bis und über 100°  
des Restbensins gemessen und die Restbensinoktanzahlen der 20°-  
Fraktionen berechnet. Das Überladeverhalten der Bensine wurde in  
Gypsen bestimmt. Die folgende Tabelle enthält einige charaktéri-  
sierende Zahlen:

199061

|                                                                       | Katalytisches Cracken                      |                                           |                              |                                           | Benzinierung       |                                       | Benzinierung<br>+ DHD |
|-----------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------------------|------------------------------|-------------------------------------------|--------------------|---------------------------------------|-----------------------|
|                                                                       | Terrana                                    |                                           | Synth. Al-Silikat            |                                           | 250 mm             | 600 mm                                |                       |
|                                                                       |                                            | Nach<br>Aufhydr.<br>d. Unge-<br>sättigten |                              | Nach<br>Aufhydr.<br>d. Unge-<br>sättigten |                    |                                       |                       |
| Benzin Endpunkt °C                                                    | 158                                        | 153                                       | 157                          | 157                                       | 152                | 144                                   | 165                   |
| Benzin % - 100°                                                       | 58                                         | 58                                        | 51                           | 41                                        | 44,5               | 53,5                                  | 57                    |
| Benzin Vol. % Arom.                                                   | 20,5                                       | 15,5                                      | 21,5                         | 21,5                                      | 5                  | 7                                     | 31                    |
| <b>22 Motor-Methode</b>                                               | 77                                         | 77,4                                      | 79,5                         | 77                                        | 74,1               | 76,5                                  | 80,2                  |
| M.M. + 0,12 Pb                                                        | 91,1                                       | 93,2                                      | 94                           | 93,5                                      | 91                 | 90,6                                  | 95                    |
| 75-100° M.M.                                                          | 78                                         | 77,6                                      | 77,5                         | 76                                        | 77,2               | 77,8                                  | 76,5                  |
| 120-140° M.M.                                                         | 75                                         | 74,7                                      | 76,8                         | 74                                        | 68                 | 68,5                                  | 87,4                  |
| <b>Krackbenzin % - 100°</b>                                           | 64,5                                       | 66                                        | 63                           | 59                                        | 43                 | 57,5                                  | 81                    |
| 02 M.M.                                                               | 75,4                                       | 76,5                                      | 74,5                         | 75                                        | 73,7               | 73,5                                  | 75,8                  |
| M.M. + 0,12 Pb                                                        | 92,5                                       | -                                         | 93                           | 92                                        | -                  | -                                     | -                     |
| - 100° M.M.                                                           | 79,9                                       | 79                                        | -                            | 79                                        | 77,4               | 79,1                                  | 79                    |
| >100° M.M.                                                            | 65,2                                       | 67                                        | 66,5                         | 61,4                                      | 68                 | 67,1                                  | 67                    |
| Überladeverhalten<br>(Minimum)                                        | zwischen B <sub>4</sub> und C <sub>3</sub> |                                           | Im Min<br>wie C <sub>3</sub> |                                           | wie B <sub>4</sub> | etwas<br>besser<br>als B <sub>4</sub> | wie C <sub>3</sub>    |
| % Vergasung (Koks +<br>Vergas.) auf<br>Benzin + Vergas. <sup>1)</sup> | 30                                         | -                                         | 27                           | -                                         | 17                 | 15                                    | 22                    |
| % Benzin bezogen a.<br>flüss. Endprodukt                              | ~30                                        | -                                         | ~45                          | -                                         | 100                | 100                                   | 100                   |

Bei den Krackbenzinen bleiben infolge des hohen Aromatengehaltes der oberen Fraktionen die Fraktionsoktanzahlen zwischen 100 und 135° (Terrana) bzw. 85 und 150° (Al-Silikat) praktisch konstant, während die Bleisahlen in diesen Gebieten nur wenig abfallen. Bei Aufhydrierung der Ungesättigten tritt bei den Terranabenzinen eine geringe OI

1) Die tatsächlich gefundenen Werte weichen z.T. von den hier angegebenen ab. Über die Wahl der letzteren vgl. die Bemerkungen auf S. 12

Verbesserung vor allem in den unteren Fraktionen ein, bei dem Bensen vom synthetischen Krackkontakt eine geringe Verschlechterung. Auffällig ist, daß im 1. Fall die Überladekurve praktisch nicht geändert, im 2. Fall dagegen trotz der erniedrigten Oktanzahl deutlich verbessert wird, sodaß man im Minimum die  $C_3$ -Kurve erreicht.

Die Hydrierbensine waren untereinander (250- und 600 Atm-Bensen) sehr ähnlich und in den unteren Fraktionen bis 85° praktisch identisch mit den Krackbensinen. In oberen Fraktionen fallen die Oktanzahlen infolge des Fehlens der Aromaten stetig ab.

Das auf 35 % Aromaten dehydrierte 6434-Bensen war unter 100° 1-2 Oktanzahl-Einheiten schlechter, während in den Fraktionen über 100° die Oktanzahlen außerordentlich steil ansteigen.

Die Restbensinoktanzahlen sind, bezogen auf gleiche Siedekurve, bei den Hydrierbensinen etwa 1-2 Einheiten besser als bei den Krackbensinen, bei dem DHD-Bensen in der Fraktion über 100°, möglicherweise aber auch in der bis 100°, etwas schlechter als bei den Krackbensinen. Da das DHD-Restbensen nur wenig % > 100° hat, ist die Oktanzahl des im Versuch erhaltenen Restbensins aber nicht schlechter als bei den Krackbensinen.

Im Überladeverhalten ist das DHD-Bensen im Minimum ebenso gut wie die beste Krackbensinprobe (aufhydriertes Al-Silikat-Krackbensen), im Gesamtverlauf aber steiler. Es ist bemerkenswert, daß für das DHD-Bensen mit 30 % Aromaten ohne Zusätze eine mit  $C_3$  (80:10:10) identische Kurve erhalten wurde. Die gute Qualität des DHD-Bensins ist darauf zurückzuführen, daß es aus 6434-Bensen allein hergestellt wurde. Beim Vergleich mit Krackbensen ist zu berücksichtigen, daß bei Bensinierung-Dehydrierung das Ausgangsöl restlos, beim Cracken dagegen nur zum Teil in Bensen übergeführt werden kann, da das Crack-B-Mittelöl nicht ohne weiteres zurückgeführt werden kann.

### Die Versuche.

Zur Entscheidung der Frage, ob das katalytische Kracken bei der Verarbeitung von Vorhydrierungsmittelöl aus Steinkohle hinsichtlich der Qualität der erhaltenen Benzine Vorteile gegenüber der Hydrierung bringt, wurden Krackbenzine und Benzine der 250- und 600 Atm-Benzinierung sowie der 250-Atm-Benzinierung in Kombination mit Dehydrierung genauer untersucht und miteinander verglichen. Als Ausgangsöl zu diesen Vergleichsversuchen diente jeweils das gleiche Produkt, ein in Kammer 501 der Großapparatur mit Kontakt 8376 vorhydriertes Verflüssigungsmittelöl aus ober-schlesischer Kohle von folgenden Eigenschaften:

Tabelle 1:

Ausgangsöl P 1494-B-Mittelöl von Kammer 501  
vom 7.11.1941.

|                 |        | Fraktion  | Anilinpunkt |
|-----------------|--------|-----------|-------------|
| Spez. Gew./20°C | 0,872  |           |             |
| Anilinpunkt °C  | + 49   |           |             |
| Siedebeginn °C  | 198    |           |             |
| % - 200°C       | -      | 180 - 200 | + 44,5      |
| % - 225°C       | 25     | 200 - 225 | 45,2        |
| % - 250°C       | 53     | 225 - 250 | 46,7        |
| % - 275°C       | 73     | 250 - 275 | 49,7        |
| % - 300°C       | 91     | 275 - 300 | 52,5        |
| % - 325°C       | -      | 300 - 325 | 55,2        |
| % - 350°C       | -      | 325 - 350 | 63,5        |
| Endpunkt °C     | 318/98 |           |             |
| % N             | 0,004  |           |             |

Folgende Bensenproben wurden hergestellt und untersucht (Versuchsbedingungen vgl. Tab. 2):

#### Krackbenzine:

erhalten mit Terrana als Kontakt,

dto. katalytisch raffiniert (d.h. Ungesättigte aufhydriert)

erhalten mit synthetischem Al-Silikatkontakt,

dto. katalytisch raffiniert.

600 Atm-Hydrierbensine erhalten mit Terrana-In-Or-Kontakt ohne und mit 0,05 % Mo bei verschiedenen Temperaturen.

250 Atm-Hydrierbensine erhalten mit Kontakt 6434 unter Rückführung bzw. im geraden Durchgang.

Dehydrierungsbensin erhalten durch Dehydrierung der Fraktion über 115° des 6434-Bensins (= 50% dieses Bensins) und Vermischen mit der Fraktion bis 115° im Verhältnis 46:54. Es wurde eine kleinere Fraktion dehydriert als bei normaler Arbeitsweise, um ein Bensin vom Aromatengehalt des G<sub>2</sub> und somit von ähnlichem (allerdings etwas höherem) Aromatengehalt wie die Krackbensine zu erhalten.

Von diesen Proben wurden folgende Untersuchungen gemacht:

Neben der normalen Benzinquerschnittsuntersuchung (s. Tabl. 3) Restbensinuntersuchung mit Restbensin >100° und Restbensin Oktanzahl - 100° und (teilweise) Aromatenszerlegung des Extraktes (s. Tab. 4); Zerlegung der Bensine in Fraktionen - 75°, 75 - 100°, 100 - 120°, 120 - 140°, 140 - 160°, 160 - 180°, >180°, Untersuchung und Bestimmung der Oktanzahl dieser Fraktionen, die in den meisten Fällen redestilliert waren (s. Tab. 3); Überladekurve.

In einer Reihe von Kurvenblättern (1-4) wurden die Oktanzahlen der Fraktionen über dem jeweiligen mittleren Siedepunkt (50 % Punkt) der betreffenden Fraktion aufgetragen, zusammen mit dem Aromatengehalt und dem Anilinpunkt II der Fraktionen. Auf einem weiteren Kurvenblatt sind die dabei erhaltenen Kurven für Oktanzahl und Aromaten noch einmal zum besseren Vergleich übereinandergezeichnet (Blatt 5). Da die Bensine sich in ihren Siedekurven zum Teil stärker unterschieden, sodaß aus den Restbensinoktanzahlen der Gesamtbensine (bzw. der Fraktionen bis und über 100°) noch kein direkter Vergleich der Restbensinqualitäten möglich ist, wurden aus den Oktanzahlen der Fraktionen die Restbensin-Oktanzahlen der Fraktionen berechnet, wobei für die Aromaten ein Mischwert von 93,5 zugrunde gelegt wurde. Zur Annahme dieses Mischwertes ergaben sich verschiedene Anhaltspunkte. 1.) Nach der ermittelten Aromatenverteilung mußte der Mischwert zwischen dem von Reinsol und dem für LHD-Aromaten

ermittelten (90-92) liegen. 2.) Aus den Restbensinoktanzahlen der Fraktionen über 100° und den Oktanzahlen der ursprünglichen aromatenhaltigen Bensine läßt sich der Mischwert der Aromaten annähernd berechnen. Als Mischwert ergibt sich 93,5 bei stärker streuenden Einzelwerten. 3.) Eine Berechnung der Restbensin-Oktanzahl der Fraktionen mit etwas höheren Mischwerten ergab einen Kurvenverlauf, der in der Gegend des Aromatenmaximums der Krackbensine deutlich erkennen ließ, daß die Aromaten überbewertet waren. Die berechneten Restbensin-Oktanzahlen sind in Abhängigkeit vom mittleren Siedepunkt der Fraktionen auf Kurvenblatt 6 aufgetragen. Die Unsicherheit dieser Kurven dürfte nur bei den Krackbensinen und auch bei diesen nur in den höheren aromatenreichen Fraktionen (etwa oberhalb 110°) größer sein als die einer direkten Restbensin-Oktanzahl-Bestimmung.

#### Ergebnisse der Fraktionsserlegungen.

Die Krackbensine enthalten in ihren oberen Fraktionen bis zu 48 bzw. 57 Gew. % Aromaten und zwar besonders Lylol (bei Terranakontakt waren 42,5 %, bei dem synthetischen Krackkontakt sogar 49 % der im Bensin - 155° enthaltenen Aromaten Lylol). Als Folge davon bleibt bei dem mit Terranakontakt erhaltenen Krackbensin die Motor-Oktanzahl zwischen etwa 100 und 135° praktisch konstant, während der Bleiwert in diesem Gebiet nur sehr schwach abfällt. Oberhalb von 135° fallen die Oktanzahlen zunächst langsamer, oberhalb von etwa 150° dann schneller ab, weswegen die für Überladeversuche hergestellten Proben zur Erreichung möglichst guter Qualität bei 155° Endpunkt abgeschnitten wurde. Das mit synthetischem Kontakt bei 50° tieferer Temperatur erhaltene Bensin zeigte entsprechend seinem höheren Lylolgehalt sogar einen geringen Wiederanstieg der Motor-Oktanzahl um etwa 1 Oktanzahl-Einheit zwischen 105 und 135°, sodaß die Oktanzahl zwischen 87 und 150° innerhalb einer Oktanzahl-Einheit konstant bleibt. Infolge der geringeren Bleipfändigkeit der Aromaten fällt die Bleioktanzahl im ganzen Gebiet ab, zwischen 100 und 150° allerdings nur schwach. Im ganzen liegen die Fraktionsoktanzahlen bei dem synthetischen Kontakt höher als bei Terranakontakt, und zwar in den unteren Fraktionen 1-2 Einheiten, in den oberen Fraktionen 3-5 Einheiten; bei der Bleioktanzahl macht der Unter-

schied nur 1-2 Einheiten aus. Die Gesamtbensine bis 155° unterschieden sich in der Oktanzahl um 2,5 Einheiten (79,5 synthetischer Kontakt gegenüber 77 Terranakontakt), wobei allerdings das Terranabensin mehr % - 100 hatte (58 gegen 51).

Bei Aufhydrierung der Ungesättigten ändern sich die Oktanzahlen der beiden Krackbensine in etwas verschiedener Weise: Bei Terranakontakt tritt in den unteren Fraktionen eine Verbesserung bis zu etwa 2 Oktanzahl-Einheiten, oberhalb von 150° eine geringe Verschlechterung um etwa 1 Einheit ein. Ähnlich wie die Grundoktanzahl ändert sich auch der Bleiwert. Die Oktanzahl des Gesamtbensins bis 155° wird um 0,5 Einheiten, die Bleioktanzahl um etwa 2 Einheiten gehoben (von 77/91 auf 77,5/93). Bei dem Bensin vom synthetischen Kontakt tritt in allen Fraktionen eine Verschlechterung ein, die zwischen 1 und 2,5 Einheiten beträgt. Die Oktanzahl des Gesamtbensins gingen von 79,5/94 auf 77/93,5, bei allerdings etwas weniger % - 100 (46 gegen 51) zurück. Das aufhydrierte Bensin vom synthetischen Kontakt war danach mit 46 % - 100° immer noch ebensogut wie das vom Terranakontakt mit 58 % - 100°.<sup>1)</sup>

Die verschiedenen Hydrierbensine waren untereinander sehr ähnlich. Infolge der höheren Temperatur bei der 600 Atm-Bensinierung enthielten die untersuchten 600 Atm-Bensine etwas mehr Aromaten als das 250 Atm-6434-Bensin und hatten demzufolge in den oberen Fraktionen etwas bessere Oktanzahlen. Der Oktanzahlabfall mit steigendem Fraktionsiedepunkt war bei den 600 Atm-Bensinen etwa linear, bei dem 250 Atm-Bensin in den oberen Fraktionen etwas rascher.

Der Vergleich der Hydrierbensine mit den Krackbensinen zeigt, daß die Hydrierbensine in der Grundoktanzahl in den unteren Fraktionen (- 90°) bis zu 2 Oktanzahlen besser sind als das Terranakrackbensin und etwa ebensogut wie das 6752-Krackbensin. Die Bleioktanzahl ist in den gleichen Fraktionen bei den Hydrierbensinen 1-4 Oktanzahl-Einheiten besser als bei den verschiedenen raffinierten und nicht raffinierten Krackbensinproben. Oberhalb von 90° liegt die Grundoktanzahl bzw. oberhalb von 100° die Bleioktanzahl bei den Krackbensinen höher als bei den Hydrierbensinen, da sich in diesem Gebiet die höheren Aro-

2) Dieser Unterschied in den 4-100° ist nicht kontaktbedingt, sondern eine Folge nicht ganz vergleichbarer Fahrbedingungen.

Matengehalte der Krackbensine bemerkbar machen. Die maximalen Unterschiede treten zwischen 6434-Bensin und 6752-Krackbensin auf und betragen bei 150° in der Grundoktanzahl 15, in der Bleizahl 9 Oktanzahl-Einheiten.

Berechnet man rückwärts aus den Oktanzahlen der Fraktionen die Oktanzahlen der Gesamtbensine, so erhält man Werte, die um etwa 1 Oktanzahl-Einheit unter den tatsächlich gemessenen liegen; möglicherweise verhalten sich die oberen Fraktionen in Mischung mit den unteren etwas günstiger als für sich allein.

Das dehydrierte 6434-Bensin war in den Fraktionen bis 100° praktisch wie das Terranakrackbensin und somit 1-2 Oktanzahl-Einheiten schlechter als das Bensin vom synthetischen Krackkontakt und die Hydrierbensine selbst. Oberhalb von 100° steigen die Oktanzahlen infolge des außerordentlich steilen Aromatenanstieges steil an und erreichen mit 95 (Motor-Methode) bei 154° einen Wert, der noch über den Bleiwerten der übrigen Bensine liegt.

Die berechneten Restbensinoktanzahlen der Fraktionen fallen bei den Krackbensinen etwa geradlinig mit dem Fraktions-siedepunkt ab. Das Terrana-Krackbensin liegt dabei um ca. 3 Oktanzahl-Einheiten unter dem 6752-Krackbensin, welches von Oktanzahl 79 bei 70° auf Oktanzahl 56,5 bei 150° absinkt. Die bei 150°, also in der Gegend des Aromatenmaximums, bei beiden Krackbensinen unter die gezeichneten Geraden fallenden Punkte könnten darauf hindeuten, daß die mit einem Mischwert von 93,5 eingesetzten Aromaten möglicherweise etwas überbewertet sind. Bei Annahme eines anderen Mischwertes würde sich der Charakter der Kurven nicht ändern, sondern lediglich die Neigung der Geraden und zwar würde z.B. bei einem Mischwert 90 die Restbensin-Oktanzahl des 6752-Krackbensins bei 190° um 2,5 Einheiten erhöht. Die Unsicherheit in dem interessierenden Bereich bis etwa 150° ist danach belanglos.



Bei den raffinierten Krackbensinen streuen die berechneten Restbensinoktanzahlen stärker. Die Unterschiede zwischen den beiden Krackkontakten scheinen dabei kleiner zu sein als bei den nichtraffinierten Bensinen. Als mittlere Oktanzahlkurve wurde eine gemeinsame Gerade angenommen (gestrichelt), die zwischen den beiden Geraden für die nichtraffinierten Bensine verläuft.

Die Restbensinoktanzahlen der 3 untersuchten 250- bzw. 600-Atm-Hydrierbensine fallen trotz der verschiedenen Bessinnierungstemperaturen (20,5-22,5-24,5 mV) praktisch zusammen und liegen auf einer etwas gekrümmten Kurve, die im ganzen Siedebereich über der Geraden für Terranakrackbensin liegt und in den untersten und obersten Fraktionen etwa mit den Geraden für 6752-Krackbensin und raffinierte Krackbensine zusammenfällt, während sie zwischen 70 und 120° auch noch bis zu maximal 2 Oktanzahl-Einheiten über diesen liegt.

Da die verschiedenen hier betrachteten Restbensine praktisch das gleiche Paraffin-Naphthenverhältnis aufweisen, wie sich am deutlichsten aus den Anilinpunkt-II-Kurven ergibt, die praktisch alle zur Deckung zu bringen sind, deuten die Unterschiede der Restbensinoktanzahl-Kurven auf Unterschiede im Isomerisierungsgrad der verschiedenen Bensine.

In den tatsächlich bestimmten Restbensinoktanzahlen (Gesamtrestbensin sowie Fraktion bis und über 100, vgl. Tab. 4) werden die Unterschiede durch Verschiedenheiten der Siedekurve teilweise verschleiert, doch scheint sich auch hier ein gewisser Vorteil der Hydrierbensine zu ergeben. Die beiden 6434-Bensine, von denen das eine im geraden Durchgang, das andere unter Rückführung hergestellt wurde, stimmen mit Restbensin-Oktanzahl 73,0 und 73,7 praktisch überein; das unter Rückführung hergestellte, das in seiner ganzen Siedekurve etwas höher liegt, ist möglicherweise eine Kleinigkeit besser als das im geraden Durchgang erhaltene.

Das Restbensin des dehydrierten 6434-Bensins hat, wie sich aus seiner Anilinpunkt-II-Kurve ergibt, in den unteren und oberen Fraktionen einen etwa 10 % höheren Paraffingehalt als die

vorher genannten Bensine, zwischen 75 und 120° aber etwa den gleichen, sodaß die Restbensinqualität etwas schlechter sein dürfte als bei den übrigen Bensinen. In den Oktanzahlen des Gesamtrestbensins und der Restbensinfraktionen bis und über 100° wird der Unterschied durch die großen Unterschiede der Siedekurven verdeckt. Die für die Fraktionen berechneten Restbensinoktanzahlen deuten in der vermuteten Richtung, sind aber in diesem Fall äußerst unsicher. Für das Gesamtbensin errechnet sich ein Aromatenmischwert von 88, während, wie insbesondere aus der höchsten Fraktion mit Oktanzahl 95 zu ersehen ist, für die einzelnen Fraktionen wesentlich davon verschiedene Mischwerte gelten dürften.

#### Überladekurven.

Im Überladeverhalten, das in Oppau untersucht wurde, stimmt das 6434-Bensin mit auffällig nur 44,5 % - 100° mit B<sub>4</sub> überein, während die Überladekurven des 600-Atm-Bensins infolge ihres höheren Aromatengehaltes etwas steiler verlaufen und im Minimum infolge des höheren %-Gehaltes bis 100° (53 bzw. 57 %) etwa 1/2 Atm über B<sub>4</sub> liegen.

Die Krackbensine liegen im Minimum zwischen B<sub>4</sub> und C<sub>3</sub> und zwar sind die Kurven für das Terrana-Krackbensin vor und nach dem Raffinieren praktisch identisch, während das 6752-Bensin vor dem Raffinieren merkwürdigerweise im Minimum etwa 1 Atm schlechter, nach dem Raffinieren allerdings 1/2 Atm besser als das Terrana-Bensin ist. Das raffinierte Krackbensin vom synthetischen Krackkontakt gab somit die beste Überladekurve, die im Minimum mit C<sub>3</sub> praktisch zusammenfällt und in der Steilheit etwa in der Mitte zwischen C<sub>2</sub> und C<sub>3</sub> liegt. Die Überladekurve des DHD-Bensins fällt im ganzen Verlauf mit C<sub>3</sub> zusammen, obwohl das Bensin nur 30 Vol.-% Aromaten enthielt.

#### Vergleich der Ausbeuten bei den verschiedenen Herstellungsverfahren.

Bei einem Ausbeutevergleich ist zu berücksichtigen, daß bei der Bessinnierung das Ausgangsmittelöl vollständig auf Bensin verarbeitet werden kann, beim Kracken dagegen nur 46 % Bensin neben 54 % B-Mittelöl (Kontakt 6752) bzw. 28 % Bensin neben 72 % Mittelöl anfallen, falls man nicht noch eine raffinierende Vorhydrierung für das Krack-B-Mittelöl vorsieht.

Am Kopf der Tabelle 4 sind für die verschiedenen Benzinsproben Leistung und Vergasung angegeben. Die 150-er Benzinsleistung nimmt von 0,4 bei den Hydrierbensinen über 0,18 bei dem 6752-Krackbensin bis zu 0,12 bei dem Terranakrackbensin ab, während die Vergasung (bezogen auf Bensin + Vergasung bei den Hydrierbensinen bzw. auf Bensin + Vergasung + Koks bei den Krackbensinen) gleichzeitig von 11 % bei den 6434-Bensinen über 13-18 % (je nach der Temperatur bzw. dem Aromatengehalt) bei den 600-Atm-Bensinen zu 32 % bei dem 6752-Bensin bzw. 34 % bei Terranakrackbensin ansteigt. Der Raffinationsverlust bei der Aufhydrierung der Ungesättigten in den Krackbensinen wurde nicht genau ermittelt. Er ist jedenfalls gering und dürfte im Großen einschließlich der Manipulationsverluste wohl noch unter 0,5 % liegen.

Die Bessinnierungsleistungen erscheinen hier etwas niedrig, da sich das Ausgangsöl trotz seines hohen Anilinpunktes nur schlecht bessinnieren ließ. Es scheint möglich, daß wir ein bei der Aufbewahrung verunreinigtes Vorhydrierungsmittelöl erhielten. Eine H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Wäsche desselben brachte keine Besserung. Bei den Krackbensinen könnte durch Anwendung höheren Durchsatzes ebenfalls eine höhere Leistung erzielt werden.

Die in der Tabelle der Zusammenfassung für die Vergasungen angegebenen Werte weichen zum Teil von den obigen Werten ab. Für die Abänderungen waren folgende Überlegungen maßgebend:



Tabelle 1

Übersicht über die vergl.

| Herstellungsverfahren  | Katalytisches Cracken                                                     |                       |                                                               |           |
|------------------------|---------------------------------------------------------------------------|-----------------------|---------------------------------------------------------------|-----------|
|                        | 6 1 0 8 - Benzine                                                         |                       | 6 7 5 2 - Benzine                                             |           |
| Kontakt, Nr.           | 6 1 0 8                                                                   |                       | 6 7 5 2                                                       |           |
| Kontaktzusammensetzung | Terrana                                                                   |                       | Syntet. Al-Silicate                                           |           |
| Druck Atm.             | Drucklos                                                                  |                       | Drucklos                                                      |           |
| Temperatur mV          | 24                                                                        |                       | 21                                                            |           |
| Temperatur °C          | 459                                                                       |                       | 408                                                           |           |
| Durchsatz kg/Ltr-Std.  | 0,5                                                                       |                       | 0,5                                                           |           |
| Zykluslänge            | 20 Min.                                                                   |                       | 20 Min.                                                       |           |
| Bemerkungen            | Probe katalytisch raffiniert mit Kont. 7360 (bzw. 7935) bei 25 Atm, 15 mV |                       | Probe katalytisch raffiniert mit Kont. 7360 bei 25 Atm, 15 mV |           |
| Probenbezeichnung      | 1 (a, b, c)                                                               | 2 (b, c)              | 3                                                             | 4         |
| Ofen                   | 601                                                                       | 308/I 303/I           | 601                                                           | 308/I     |
| Datum 1941             | 5.11./<br>6.-9.11./<br>10.-11.11.                                         | 14.11. 20.-<br>21.11. | 28.11.-<br>3.12.                                              | 8.-15.11. |
| Benzinendpunkt         | 180/200/150                                                               | 200 150               | 150/200                                                       | 150/200   |

beil. 2:

vergleichen Benzinsorten.

| Benzinierung                                                       |                                |                        |            |                              |                                   | Benzinierung +<br>B.E.D.  |
|--------------------------------------------------------------------|--------------------------------|------------------------|------------|------------------------------|-----------------------------------|---------------------------|
| Benzine                                                            | 600-Atm-Benzine                |                        |            | 250-Atm-Benzine              |                                   |                           |
| 2                                                                  | 8 2 5 5                        |                        | 8 6 1 3    |                              | 6 4 3 4                           | 6434/7360                 |
| likate                                                             | Tarrana 5,7 Zn, dte. + 0,05 Mo |                        |            | Tarrana + 10 BS <sub>2</sub> |                                   |                           |
| 10e                                                                | 1,2 Kg, 3 Cr,<br>8 HP          | 600                    | 600        |                              | 250                               | 250/25 Atm H <sub>2</sub> |
|                                                                    | 22,5 - 25                      | 22-22,5                | 24-24,5    | 20,5                         | 21                                | 21/27-27,5                |
|                                                                    | 434-476                        | 425-434                | 459-468    | 408                          | 408                               | 408/510-518               |
|                                                                    | 1,0                            | 1,0                    | 1,0        | 1,0                          | 1,2                               | 1,2/0,5                   |
|                                                                    | -                              | -                      | -          | -                            | -                                 | - /16 Std.                |
| obe kata-<br>tisch raf-<br>liert mit<br>m. 7360<br>k. 25 Atm<br>mV |                                |                        |            | mit Rück-<br>führung         | in ge-<br>nauen<br>Durch-<br>gang |                           |
| 4                                                                  | 5                              | 6                      | 7          | 8                            | 9                                 | 10                        |
| 3/I                                                                | 308/III                        | 308/III                | 308/III    | 316                          | 316                               | 316/1.-13.12. (-11.12.)   |
| 12                                                                 | 6.-11.11.                      | 14.-21.11.<br>(15.11.) | 21.-28.11. | 23.-27.11.                   | 30.12.                            | + 308/I 24.-25.11.        |
|                                                                    | 150                            | 150                    | 150        | 150                          | 150                               | 150                       |

|                         | 6 1 0 8 - Krackbensine |               |                     |                   |                     | 675          |
|-------------------------|------------------------|---------------|---------------------|-------------------|---------------------|--------------|
|                         |                        |               | katalyt.<br>raffin. |                   | katalyt.<br>raffin. |              |
| Ofen<br>Datum           | 601<br>5.11.           | -<br>6.-9.11. | 308/I<br>14.11.     | 601<br>10.-11.11. | 303/I<br>20.-21.11. | 60<br>28.11. |
| <b>Fraktionen</b>       |                        |               |                     |                   |                     |              |
| <b>120-140°: Gew.%</b>  |                        | 8,0           | 6,8                 | 16,1              | 12,7                | 10,6         |
| Spez.Gewicht/15°        |                        | 0,827         | 0,805               | 0,802             | 0,804               | 0,80         |
| Anilinpunkt I/II        |                        | +13,7/53,6    | +15,6/53,2          | +16,2/53,5        | +16,6/54,1          | +12,0        |
| 50 % - Punkt            |                        | 127           | 126                 | 126               | 129                 | 126          |
| Gew.% Aromaten          |                        | 42            | 40                  | 39,5              | 40                  | 42,5         |
| <b>OZ: Res.-Methode</b> |                        | -             | 85                  | 81,8              | -                   | 84           |
| M.-M./M.-M.+0,12 Pb     |                        | 74/87,8       | 73,8/-              | 75/88,4           | 74,7/-              | 76,8         |
| Restbl.OZ.Mot.berechn.  |                        | 59,8          | 60,7                | 63                | 62,2                | 64,5         |
| <b>140-160°: Gew.%</b>  | <del>125-180°</del>    | 12,9          | 13,7                | 9,6               | 9,7                 | 11,2         |
| Spez.Gewicht/15°        |                        | 0,842         | 0,832               | 0,825             | 0,824               | 0,83         |
| Anilinpunkt I/II        |                        | +8,3/54,7     | +7,2/53,8           | +7,5/54           | +5,4/54,2           | +11,5/54     |
| 50 % - Punkt            |                        | 158           | 149                 | 148               | 149                 | 142          |
| Gew.% Aromaten          |                        | 47,5          | 47,5                | 49                | 44                  | 56           |
| <b>OZ: Res.-Methode</b> |                        | -             | 82,6                | 84,6/97,6         | -                   | 86,8         |
| M.-M./M.-M.+0,12 Pb     |                        | 71,4/-        | 72/85               | 72,5/84           | 73/-                | 76,8         |
| Restbl.OZ.Mot.berechn.  |                        | 52,6          | 53,3                | 53,3              | 54,4                | 55,7         |
| <b>160-180°: Gew.%</b>  |                        | 16,2          | 16,6                | 4                 |                     | 14,9         |
| Spez.Gewicht/15°        |                        | 0,846         | 0,846               | 0,884             |                     | 0,84         |
| Anilinpunkt I/II        |                        | +15,6/53,4    | +15,8/53            | +16,3/53,5        |                     | +4,5         |
| 50 % - Punkt            |                        | 169           | 169                 | 167               |                     | 166          |
| Gew.% Aromaten          |                        | 40            | 39,5                | 39,5              |                     | 50,5         |
| <b>OZ: Res.-Methode</b> |                        | 73,2/98       | 74,2/90,6           | -                 |                     | 80,2         |
| M.-M./M.-M.+0,12 Pb     |                        | 66,8/80       | 65,8/78,5           | 72/-              |                     | 73,2/80      |
| Restbl.OZ.Mot.berechn.  |                        | 49            | 47,6                | -                 |                     | 52,5         |
| <b>180-200°: Gew.%</b>  |                        | 18,1          | 20,6                |                   |                     | 11,4         |
| Spez.Gew./15°           |                        | 0,863         | 0,884               |                   |                     | 0,86         |
| Anilinpunkt I/II        |                        | +22,8/55      | +23,5/55            |                   |                     | +19,2        |
| 50 % - Punkt            |                        | 191           | 193                 |                   |                     | 192          |
| Gew.% Aromaten          |                        | 35            | 34                  |                   |                     | 41           |
| <b>OZ: Res.-Methode</b> |                        | 65/84         | 68,5/84             |                   |                     | 65,5         |
| M.-M./M.-M.+0,12 Pb     |                        | 61,5/75       | 59,7/74,5           |                   |                     | 64,8         |
| Restbl.OZ.Mot.berechn.  |                        | 44,2          | 42,2                |                   |                     | 44,7         |

| 6752-Kraackbensine<br>katalyt.<br>raffin. |            | 600 Atm-Bensinierung |            |            |            |            | 250 Atm-Bi<br>m. Rück-<br>führung | 250 Atm-Bi<br>+ DHD |
|-------------------------------------------|------------|----------------------|------------|------------|------------|------------|-----------------------------------|---------------------|
| 601                                       | 308/I      | 308/III              | -          | -          | -          | 316        | 316/1.-13.12.                     | 308/1.-13.12.       |
| 26.11.-3.12.                              | 8.-13.12.  | 6.-11.11.            | 14.-21.11. | 15.11.     | 21.-28.11. | 23.-29.11. |                                   |                     |
| 10,6                                      | 12,6       | 24,2-150°            | 28,7       | 22,9-150°  | 25,0       | 15,4       | 11,9                              |                     |
| 0,806                                     | 0,807      | 0,800                | 0,780      | 0,791      | 0,793      | 0,778      | 0,839                             |                     |
| +12,6/55,5                                | +13,4/55,5 | +33/55,9             | +40,1/54,2 | +40,6/54,4 | +34,3/54   | +45,7/54   | -22,2/56,3                        |                     |
| 126                                       | 126        | 137                  | 129        | 136        | 132        | 126        | 131                               |                     |
| 42,5                                      | 42,5       | 24                   | 17         | 16,5       | 23         | 10         | 76                                |                     |
| 84                                        | -          | 71,5                 | -          | -          | -          | -          | -                                 |                     |
| 76,8/89,5                                 | 74/-       | 68/82                | 68,5/84,3  | 64,8/84    | 69,2/84,5  | 68/86,2    | 87,4                              |                     |
| 54,5                                      | 59,6       |                      | 63,7       |            | 62         | 65,2       | -                                 |                     |
| 11,1                                      | 10,8       |                      |            |            |            | 14,0       | 12,7                              |                     |
| 0,851                                     | 0,834      |                      |            |            |            | 0,801      | 0,871                             |                     |
| -3,2/55,5                                 | -5,5/55,5  |                      |            |            |            | +46,2/54,3 | -42/58,5                          |                     |
| 142                                       | 146        |                      |            |            |            | 149        | 154                               |                     |
| 56                                        | 56         |                      |            |            |            | 10         | 90,5                              |                     |
| 86,8                                      | -          |                      |            |            |            | -          | -                                 |                     |
| 76,8/87,5                                 | 75/-       |                      |            |            |            | 61/76,2    | 95,0                              |                     |
| 55,7                                      | 51,6       |                      |            |            |            | 57,5       | -                                 |                     |
| 14,9                                      | 16,0       |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 0,840                                     | 0,845      |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| +4,5/55,5                                 | +6/55,3    |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 166                                       | 166        |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 50,5                                      | 50         |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 80,2                                      | -          |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 73,8/82                                   | 71,6/-     |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 52,5                                      | 49,8       |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 11,4                                      | 13,5       |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 0,864                                     | 0,863      |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| +19,2/58,4                                | +20/57,1   |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 192                                       | 192        |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 41                                        | 39,5       |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 65,5                                      | -          |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 64,8/76,5                                 | 64/-       |                      |            |            |            |            |                                   |                     |
| 44,7                                      | 44,8       |                      |            |            |            |            |                                   |                     |

369

Tabelle 1

Bensinuntersuchung

|                        |  | 6108 - Kraackbensine<br>katalyt.<br>raffin. |          |             |                    |            | 6752 - Kraackbensine<br>katalyt.<br>raffin. |           |        |
|------------------------|--|---------------------------------------------|----------|-------------|--------------------|------------|---------------------------------------------|-----------|--------|
| Ofen                   |  | 601                                         | -        | 308/I       | 601                | 303/I      | 601                                         |           |        |
| Datum 1941             |  | 5.11.                                       | 6.-9.11. | 14.11.      | 10.-11.11.         | 20.-21.11. | 28.11.-3.12.                                | 8.-13.12. |        |
| Druck Atm              |  | 1                                           | 1        | 1/25        | 1                  | 1/25       | 1                                           |           |        |
| Temperatur mV          |  | 24                                          | 24       | 24/15       | 24                 | 24/15      | 21                                          |           |        |
| Durchsatz kg/Ltr/Kont. |  | 0,5                                         | 0,5      | 0,5/1,0-0,7 | 0,5                | 0,5/0,7    | 0,5                                         |           | 0,     |
| Proben Nr.             |  | 1 a                                         | 1 b      |             | 1 c                | 2 c        | 3                                           |           |        |
| Bensin                 |  | -180°                                       | -200°    | -200°       | -150°              | -150°      | -200°                                       | -150°     | -200°  |
| Spez. Gewicht/15°      |  | 0,764                                       | 0,785    | 0,793       | 0,740              | 0,744      | 0,768                                       | 0,751     | 0,782  |
| Anilinpunkt I          |  | + 25                                        | + 26,3   | + 26,6      | + 33,6             | + 37,8     | + 28,6                                      | + 32,4    | + 25,7 |
| Anilinpunkt II         |  | + 54,2                                      | + 52,2   | + 52        | + 53,5             | + 52,6     | + 54                                        | + 53,5    | + 52,7 |
| Jodzahl (Hanus 38)     |  | 16,8 <sup>1)</sup>                          | -        | -           | 21,0 <sup>1)</sup> | 1,1        | 5,4 <sup>1)</sup>                           | 9,1       | -      |
| Siedebeginn °C         |  | 41                                          | 37       | 46          | 40                 | 41         | 34                                          | 41        | 48     |
| % - 50                 |  | 3                                           | 3        | 1           | 3                  | 1          | 5                                           | 2         | -      |
| % - 70                 |  | 14                                          | 11,5     | 7           | 20                 | 16         | 16                                          | 16        | 6      |
| % - 100                |  | 39                                          | 29       | 27          | 58                 | 58         | 37,5                                        | 51        | 30     |
| % - 120                |  | 59                                          | 42       | 41          | 79                 | 83         | 53                                          | 74,5      | 48     |
| % - 140                |  | 74,5                                        | 55       | 54          | 91,5               | 94         | 66,5                                        | 92        | 63     |
| % - 150                |  | 80                                          | 62       | 62          | 95                 | 97         | 73                                          | 95,5      | 70     |
| % - 180                |  | 96,5                                        | 84       | 86          | -                  | -          | 91                                          | -         | 91     |
| Endpunkt °C            |  | 182                                         | 201      | 201         | 158                | 153        | 198                                         | 157       | 200    |
| Destillat.-Verlust     |  | 1                                           | 1,2      | 0,3         | 1,0                | 0,8        | 1,5                                         | 0,8       | 0,8    |
| Zusammensetzung        |  |                                             |          |             |                    |            |                                             |           |        |
| Gew. % Paraffine       |  | 31,5                                        | 28       | 29          | 33,5               | 35         | 33                                          | 35        | 30     |
| Naphthene              |  | 34,5                                        | 40       | 42          | 40                 | 47         | 36,5                                        | 38,5      | 40     |
| Aromaten               |  | 32                                          | 29       | 28,5        | 23                 | 17,5       | 28,5                                        | 24,4      | 30     |
| Ungesättigte           |  | 2                                           | 3        | 0,5         | 3,5                | 0,5        | 2                                           | 2         | -      |
| Oktanzahl Res.-Methode |  | -                                           | 82,3     | 75          | 86,4/100           | 83         | 84                                          | -         | 82,8   |
| Motor-Methode          |  | 77,2                                        | 74,7     | 72          | 77                 | 77,4       | 77                                          | 79,5      | 74     |
| Motor- " + 0,12 % Pb   |  | -                                           | 85,6     | 83,5        | 91,1               | 93,2       | 90,5                                        | 94        | 88,7   |
| Bombentest mit Pb      |  | -                                           | -        | -           | -                  | -          | -                                           | -         | -      |
| Abfall Atm             |  | -                                           | 1,5      | -           | -                  | 1,2        | -                                           | 0         | -      |
| Glasschale vorher mg   |  | -                                           | 1,7      | -           | -                  | 0          | -                                           | 1,8       | -      |
| Glasschale nachher mg  |  | -                                           | 366/186  | -           | -                  | 66/54      | -                                           | 10,3/5,6  | -      |
| Cu-Schale              |  | -                                           | 12,4     | -           | -                  | 1,7        | -                                           | 0         | -      |
| Dampfdruck Atm         |  | -                                           | -        | -           | -                  | 0,528      | -                                           | 0,548     | -      |

1) als Bronzahl

5 2 - Krawkbenzine  
katalytisch  
raffiniert

| 5 2 - Krawkbenzine<br>katalytisch<br>raffiniert |           | 600 Atm-Benzinierung |            |        |            | 250 Atm-Benzinierung<br>m. H <sub>2</sub> O 1. gerad-<br>föhrig. Durch-<br>gang |          | 250 Atm-Benzinierung<br>+ D H D<br>Leicht-<br>benzin<br>DHD-<br>benzin<br>Mischung<br>54:46 |            |                  |
|-------------------------------------------------|-----------|----------------------|------------|--------|------------|---------------------------------------------------------------------------------|----------|---------------------------------------------------------------------------------------------|------------|------------------|
| 308/I                                           | 308/II    | 308/III              | 308/IV     | 308/V  | 308/VI     | 308/VII                                                                         | 308/VIII | 308/IX                                                                                      | 308/X      | 308/XI           |
| 3.12.                                           | 8.-13.12. | 6.-11.11.            | 14.-21.11. | 15.11. | 21.-28.11. | 23.-29.11.                                                                      | 3.12.    | 1.-13.12.                                                                                   | 24.-25.12. | 308/I/24.-25.12. |
| 1/25                                            | 21/15     | 600                  | 600        | 600    | 600        | 250                                                                             | 250      | 250                                                                                         | 25         | -                |
| 0,5/0,7                                         | 4         | 22,5-25              | 22-22,5    | 22     | 24-24,5    | 20,5                                                                            | 21       | 21                                                                                          | 27-27,5    | -                |
|                                                 |           | 1,0                  | 1,0        | 1,0    | 1,0        | 1,0                                                                             | 1,2      | 1,2                                                                                         | 0,5        | -                |
|                                                 |           | 5                    | 6          | (6)    | 7          | 8                                                                               | 9        |                                                                                             |            | 10               |
| -150                                            | -200      | -150                 | -150°      | -150°  | -150°      | -150°                                                                           | -150     | -150                                                                                        | -115       | -165             |
| 0,751                                           | 0,782     | 0,758                | 0,745      | 0,741  | 0,732      | 0,741                                                                           | 0,745    | 0,738                                                                                       | 0,703      | 0,756            |
| + 52,4                                          | + 25,7    | + 51,5               | + 42       | + 45,1 | + 47,7     | + 42,2                                                                          | + 47,8   | + 47,2                                                                                      | - 11       | + 21,8           |
| + 55,5                                          | + 52,7    | + 55                 | + 52,5     | + 52,7 | + 55,5     | + 52,5                                                                          | + 52,8   | + 52,4                                                                                      | + 57,5     | + 54,6           |
| -                                               | 2,7       | -                    | 1,2        | -      | 2,7        | 2,8                                                                             | -        | -                                                                                           | 6,0        | 4,7              |
| 48                                              | 48        | 41                   | 42         | 30     | 47         | 53                                                                              | 38       | 32                                                                                          | 34         | 40               |
| -                                               | -         | 1,5                  | 1,5        | 8      | 0,8        | -                                                                               | 2        | 11                                                                                          | 3,5        | 2                |
| 6                                               | 9         | 13                   | 9,5        | 25     | 13         | 6,5                                                                             | 13       | 36,5                                                                                        | 8          | 18               |
| 30                                              | 46        | 53                   | 53,5       | 57     | 57         | 44,5                                                                            | 50       | 86                                                                                          | 22         | 57               |
| 74,5                                            | 48        | 73                   | 81,5       | 80     | 82         | 72                                                                              | 79       | -                                                                                           | 42         | 77               |
| 92                                              | 63        | 91                   | 95         | 97     | 95,5       | 97                                                                              | 92       | 94                                                                                          | 70,5       | 89               |
| 95,5                                            | 70        | 95,5                 | -          | -      | -          | -                                                                               | 96,8     | -                                                                                           | 78         | 94               |
| -                                               | 91        | -                    | -          | -      | -          | -                                                                               | -        | -                                                                                           | 91         | -                |
| 157                                             | 200       | 157                  | 144        | 144    | 141        | 142                                                                             | 152      | 151                                                                                         | 118        | 212              |
| 0,8                                             | 0,8       | 0,8                  | 0,8        | 0,7    | 2,3        | 0,5                                                                             | 1,9      | 0,8                                                                                         | 3,5        | 4,0              |
| 35                                              | 30        | 35                   | 37         | 38     | 42         | 37                                                                              | 40,5     | 39                                                                                          | 18,5       | 31,5             |
| 38,5                                            | 40        | 42,5                 | 50         | 52     | 80         | 50                                                                              | 53       | 55,5                                                                                        | 13         | 32               |
| 24,4                                            | 30        | 84,5                 | 12,5       | 8      | 7          | 12,5                                                                            | 6        | 6,5                                                                                         | 67,5       | 35,5             |
| 2                                               | -         | -                    | 0,5        | 1      | 1          | 0,5                                                                             | 0,5      | 1,5                                                                                         | (1)        | 1                |
| -                                               | 82,8      | 84                   | 79,5       | -      | 77,8       | -                                                                               | -        | -                                                                                           | -          | 91,5/105         |
| 79,5                                            | 74        | 77                   | 74         | 76,5   | 77,4       | 76,5                                                                            | 74,1     | 74,7                                                                                        | -          | 80,2             |
| 94                                              | 88,7      | 93,5                 | 89,9       | 90,6   | 93,5       | 91,8                                                                            | 91,0     | -                                                                                           | -          | 95               |
| -                                               | -         | -                    | -          | -      | -          | -                                                                               | -        | -                                                                                           | -          | -                |
| 0                                               | Abfall    | -                    | 0          | 0      | 0          | 0                                                                               | Abfall   | -                                                                                           | -          | 0,7              |
| 1,8                                             | 0         | -                    | 0          | 0      | 0          | 0,8                                                                             | 1,8      | -                                                                                           | -          | 0                |
| 20,5/5,6                                        | 8,5/5,9   | -                    | 11,5       | 5,1    | 5,1        | 22,6,5                                                                          | 26,82,1  | -                                                                                           | -          | 31,5/27,3        |
| -                                               | 0         | -                    | 3,0        | 4,0    | 4,0        | 6,7                                                                             | 1,8      | -                                                                                           | -          | 1,5              |
| -                                               | 0,455     | -                    | 0,416      | -      | 0,451      | 0,552                                                                           | 0,569    | -                                                                                           | -          | -                |

310

Tabelle

Fraktionierungsergebnisse

|                                         | 6108 - Krackbensine |                 |                     |                 |                     | 6752          |
|-----------------------------------------|---------------------|-----------------|---------------------|-----------------|---------------------|---------------|
|                                         |                     |                 | katalyt.<br>raffin. |                 | katalyt.<br>raffin. |               |
| Ofen                                    | 601                 | -               | 308/I               | 601             | 303/I               | 601           |
| Datum 1941                              | 3.11.               | 6.-9.11.        | 14.11.              | 10.-11.11.      | 20.-21.11.          | 28.11.5.12    |
| <b>Fractionen</b>                       |                     |                 |                     |                 |                     |               |
| <b>-75° Gew. %</b>                      | 42,6                | 20,5            | 14,8                | 20,0            | 24,9                | 10,0          |
| Spez. Gew./15°                          | 0,710               | 0,667           | 0,673               | 0,660           | 0,669               | 0,69          |
| Anilinpunkt I/II                        | + 40,5/<br>54,2     | + 47,8/<br>51   | + 52,2/<br>54,8     | + 50/<br>56,5   | + 52,8/<br>55,4     | + 53/<br>56   |
| 50 % - Punkt                            | 73                  | 56              | 53                  | 48              | 53                  | 62            |
| Gew. % Aromaten                         | 15,5                | 4               | 3                   | 8               | 3                   | 4             |
| QZ Res.-Methode                         | -                   | 91,5/106        | 88,6                | 91,3/106        | -                   | -             |
| M.-M./M.-M. +<br>0,12 Pb                | 80,5/-              | 80,2/<br>94,5   | 83,4/102            | 83/100          | 84,5/-              | 82/9          |
| Restbensin QZ-Met.-<br>Methode berechn. |                     | 79,7            | 83                  | 82              | 84,2                | 81,5          |
| <b>75-100° Gew. %</b>                   |                     | 11,7            | 16,1                | 27,4            | 29,4                | 16,3          |
| Spez. Gew./15°                          |                     | 0,750           | 0,751               | 0,739           | 0,742               | 0,74          |
| Anilinpunkt I/II                        |                     | + 35,8/<br>50,1 | + 38,6/<br>49,4     | + 39,3/<br>50,6 | + 41/<br>49,3       | + 40/<br>49   |
| 50 % - Punkt                            |                     | 86              | 88                  | 80              | 83                  | 83            |
| Gew. % Aromaten                         |                     | 17              | 11                  | 13              | 10                  | 11            |
| QZ Res.-Methode                         |                     | 87,8            | 82,6                | 84,1/97         | -                   | 84            |
| M.-M./M.-M. +<br>0,12 Pb                |                     | 76/91           | 76/92               | 78/92           | 77,6/<br>92,8       | 77,5/<br>92,5 |
| Restbensin QZ-Met.-<br>Methode berechn. |                     | 72,4            | 73,8                | 75,7            | 76                  | 75,5          |
| <b>100-120° Gew. %</b>                  | 21,3-125°           | 12,6            | 11,4                | 22,9            | 22,8                | 14,1          |
| Spez. Gew./15°                          | 0,887               | 0,780           | 0,785               | 0,774           | 0,779               | 0,776         |
| Anilinpunkt I/II                        | + 19,2/<br>53,5     | + 25,5/<br>50,6 | + 24,9/<br>51,2     | + 28,3/<br>50,8 | + 37/<br>51,1       | + 28/<br>50   |
| 50 % - Punkt                            | 109                 | 105             | 110                 | 102             | 107                 | 103           |
| Gew. % Aromaten                         | 36                  | 28,5            | 30                  | 25,5            | 17                  | 25            |
| QZ Res.-Methode                         | -                   | 83,2            | -                   | 81,8/95,3       | -                   | 82            |
| M.-M./M.-M. +<br>0,12 Pb                | 75,3/-              | 74/88,5         | 73,7/89,3           | 74,7/89,6       | 75/90               | 76/90         |
| Restbensin QZ-Met.-<br>Methode berechn. |                     | 66,2            | 65,2                | 67              | -                   | 70,2          |

Flammgas an Tabelle 2

| katalyt.<br>Fin. | 5752-Kraackbensine  |                 | 600 Atm-Benzinsierung |                 |               |                 | 250-Atm-Bi         | 250 Atm-Bi              |
|------------------|---------------------|-----------------|-----------------------|-----------------|---------------|-----------------|--------------------|-------------------------|
|                  | katalyt.<br>raffin. |                 |                       |                 |               |                 | m. Rück-<br>führg. | + DHD<br>Mischung 54:46 |
| /I               | 601                 | 308/I           | 308/III               | -               | -             | -               | 316                | 316/1-13.12             |
| 21.11.           | 28.11.-             | 8.-13.12.       | 6.-11.11.             | 14.-21.11.      | 13.11.        | 21.-28.         | 23.-29.            | 308/1/24-23.12.         |
| 1.               | 3.12.               |                 |                       |                 |               | 11.             | 11.                |                         |
|                  | 10,0                | 17,2            | 49,4                  | 21,1            | 47,5          | 19,6            | 21,9               | 27,0                    |
|                  | 0,694               | 0,668           | 0,705                 | 0,673           | 0,688         | 0,666           | 0,666              | 0,663                   |
|                  | + 53,2/<br>56,3     | + 53,5/<br>55   | + 49,7/<br>53,6       | + 54,5/<br>55,8 | + 53/<br>55   | + 54,5/<br>56,5 | + 53,5/<br>56,5    | + 54,5/<br>58,6         |
|                  | 52                  | 52              | 72                    | 55              | 67            | 50              | 52                 | 50                      |
|                  | 1,5                 | 1,5             | 5                     | 1,5             | 2,5           | 2,5             | 1                  | 5                       |
|                  | -                   | -               | 85,7                  | -               | 86,3          | -               | -                  | -                       |
| /-               | 82/99               | 84/-            | 80,2/<br>96,8         | 83,2/102        | 82/100        | 83,4/102        | 82,5/-             | 82,4                    |
|                  | 81,5                | 84              |                       | 83              |               | 83,2            | 82,5               | 81,8                    |
|                  | 16,3                | 14,4            |                       | 24,8            |               | 36,5            | 28,9               | 26,4                    |
| 2                | 0,743               | 0,746           |                       | 0,738           |               | 0,736           | 0,731              | 0,748                   |
| /                | + 40,2/<br>49,6     | + 40,8/<br>49,1 |                       | + 45,2/<br>49,8 |               | + 43,2/<br>50   | + 47,5/<br>50,5    | + 36,8/<br>50,3         |
| 3                | 83                  | 88              |                       | 83              |               | 84              | 84                 | 84                      |
|                  | 11                  | 10              |                       | 5,5             |               | 8,5             | 4,0                | 16,0                    |
|                  | 84                  | -               |                       | -               |               | -               | -                  | -                       |
| /                | 77,5/<br>92,5       | 76/-            |                       | 77,8/<br>91,8   |               | 77,5/<br>91,8   | 77,2/<br>93,8      | 76,3                    |
|                  | 75,5                | 74              |                       | 77              |               | 76              | 76,5               | 73                      |
|                  | 14,1                | 15,3            | 26,4-125°             | 25,4            | 29,6-125°     | 18,9            | 19,4               | 21,9                    |
| 9                | 0,776               | 0,778           | 0,770                 | 0,762           | 0,762         | 0,766           | 0,760              | 0,795                   |
| /                | + 28/<br>50,3       | + 29/<br>50,1   | + 37,5/<br>50,8       | + 42,2/<br>51   | + 42,5/<br>51 | + 37,4/<br>50,8 | + 45,5/<br>51,1    | + 8,7/<br>52            |
| 1                | 103                 | 105             | 107                   | 105             | 105           | 105             | 106                | 105                     |
|                  | 25                  | 24,5            | 16                    | 10,5            | 10            | 16              | 7                  | 45                      |
|                  | 82                  | -               | 76                    | -               | 76,1          | -               | -                  | -                       |
|                  | 76/90               | 74,2/-          | 72,5/<br>89,3         | 73/89           | 72,5/90       | 73/88,8         | 72,5/<br>88,6      | 76,3                    |
|                  | 70,2                | 68              |                       | 70,8            |               | 69              | 71                 | -                       |

|     |     |         |     |      |     |   |      |    |     |    |     |      |       |        |        |    |     |    |    |    |      |     |
|-----|-----|---------|-----|------|-----|---|------|----|-----|----|-----|------|-------|--------|--------|----|-----|----|----|----|------|-----|
| 643 | 316 | 23.-29. | 250 | 20,5 | 1,0 | 8 | 0,38 | 39 | 155 | 11 | 100 | 91,0 | 0,732 | + 52,4 | + 52,8 | 51 | 6,5 | 43 | 72 | 92 | 95,5 | 155 |
|-----|-----|---------|-----|------|-----|---|------|----|-----|----|-----|------|-------|--------|--------|----|-----|----|----|----|------|-----|



311

Tabelle 4i

Restbensinnifferichungen.

|                          | 6 1 0 8 - Krackbensine |                     |            |                           | 6 7 5 2 - Krackbensine |                           | 8 2 55 - Bensine |            | 645    |
|--------------------------|------------------------|---------------------|------------|---------------------------|------------------------|---------------------------|------------------|------------|--------|
|                          | - 200°                 | cto kat.<br>raffin. | - 150°     | cto katalyt<br>raffiniert | - 150°                 | cto katalyt<br>raffiniert | (600 Atm)        |            |        |
| Ofen                     | 601                    | 308/I               | 601        | 303/I                     | 601                    | 308/I                     | 308/III          | 308/III    | 316    |
| Datum 1941               | 6.-9.11.               | 14.11.              | 10.-11.11. | 20.-21.11                 | 28.11.-3.12.           | 8.-13.12.                 | 14.-21.11.       | 21.-28.11. | 23.-29 |
| Druck Atm                | 1                      | 1/25                | 1          | 1/25                      | 1                      | 1/25                      | 600              | -          | 250    |
| Temperatur mV            | 24                     | 24/15               | 24         | 24/15                     | 21                     | 21/15                     | 22-22,5          | 24-24,5    | 20,5   |
| Durchsatz kg/ltr/Std.    | 0,5                    | 0,5/0,7             | 0,5        | 0,5/0,9                   | 0,5                    | 0,5/0,7                   | 1,0              | 1,0        | 1,0    |
| Probe Nr.                | 1 b                    | 2 b                 | 1 c        | 2 c                       | 3                      | 4                         | 6                | 7          | 8      |
| Benzinleistung           | 0,20                   | -                   | 0,12       | -                         | 0,18                   | -                         | 0,40             | 0,40       | 0,38   |
| Benzinkonzentration      | 46                     | -                   | 28         | -                         | 46                     | -                         | 44               | 48         | 39     |
| Benzin-Endpunkt °C       | 200                    | 200                 | 155        | 155                       | 155                    | -                         | 147              | 144        | 155    |
| Vergasung                | ~23                    | (24)                | ~34        | (35)                      | 32                     | (33)                      | 12,8             | 18,0       | ~11    |
| % Bi auf flüssig-Produkt | 46                     | -                   | 28         | -                         | 46                     | -                         | 100              | 100        | 100    |
| Restbensin               | - 200°                 | - 200°              | - 200°     | - 200°                    | - 200°                 | - 200°                    | - 200°           | - 200°     | - 200° |
| Gew.% vom Gesamtbenzin   | 69,0                   | 74,0                | 74,5       | 83,0                      | 74,3                   | 76                        | 91,5             | 87,2       | 91,0   |
| Spez.Gewicht/15°         | 0,755                  | 0,770               | 0,725      | 0,725                     | 0,736                  | 0,732                     | 0,732            | 0,730      | 0,732  |
| Anilinpunkt I            | + 51,5                 | + 48,4              | + 52,2     | + 52,3                    | + 52,7                 | + 52,5                    | + 52,4           | + 52,5     | + 52,4 |
| Anilinpunkt II           | + 52,8                 | + 52                | + 53,6     | + 52,8                    | + 53,7                 | + 53                      | + 53             | + 52,6     | + 52,8 |
| Siedebeginn °C           | 34                     | 48                  | 34         | 42                        | 39                     | 46                        | 50               | 47         | 51     |
| % - 50                   | 5                      | -                   | 4,5        | 2,5                       | 3                      | 0,5                       | -                | 0,5        | -      |
| % - 70                   | 17                     | 7                   | 22         | 20,5                      | 22                     | 14                        | 12               | 12         | 6,5    |
| % - 100                  | 38,5                   | 30                  | 64,5       | 66                        | 65                     | 59                        | 57,5             | 59         | 43     |
| % - 120                  | 52,5                   | 45,5                | 85         | 87                        | 83                     | 82                        | 85               | 85         | 72     |
| % - 140                  | 61                     | 57                  | 92,5       | 95,5                      | 93,5                   | 93                        | -                | 97         | 92     |
| % - 150                  | 64,5                   | 62                  | 94,5       | -                         | 95,5                   | 96                        | -                | -          | 95,5   |
| % - 180                  | 84                     | 82                  | -          | -                         | -                      | -                         | -                | -          | -      |
| Endpunkt                 | 201                    | 202                 | 158        | 148                       | 155                    | 155                       | 139              | 141        | 155    |
| Destillations-Verlust    | 2,2                    | 2,0                 | 1,5        | 1,2                       | 1,0                    | 0,6                       | 1,5              | 1          | 1      |

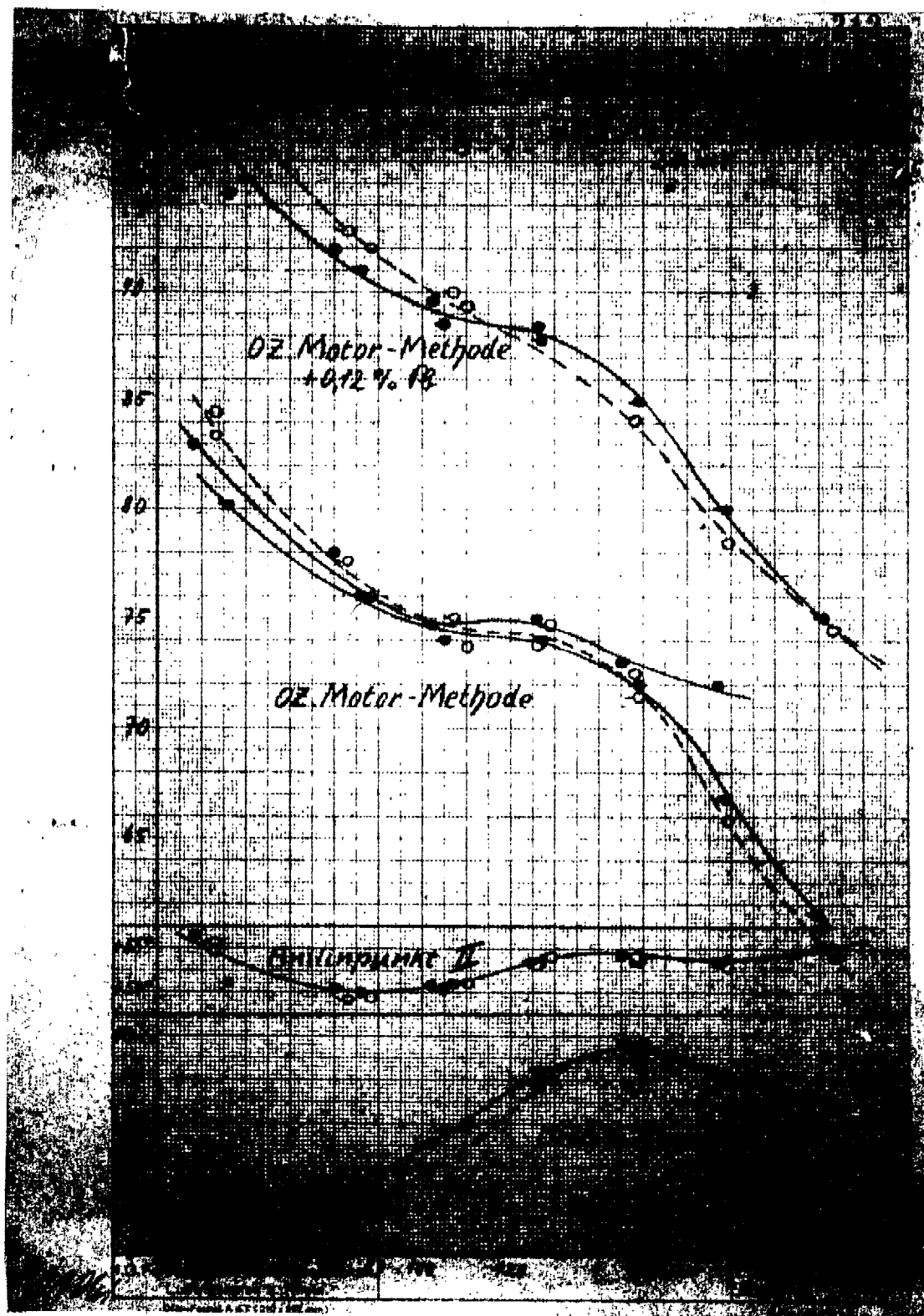


[illegible][illegible]

|      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 51,5 | 48,4 | 52,2 | 52,3 | 52,5 | 52,4 | 52,6 | 52,7 | 52,8 | 52,9 | 53,0 | 53,1 | 53,2 | 53,3 | 53,4 | 53,5 | 53,6 | 53,7 | 53,8 | 53,9 | 54,0 | 54,1 | 54,2 | 54,3 | 54,4 | 54,5 | 54,6 | 54,7 | 54,8 | 54,9 | 55,0 | 55,1 | 55,2 | 55,3 | 55,4 | 55,5 | 55,6 | 55,7 | 55,8 | 55,9 | 56,0 | 56,1 | 56,2 | 56,3 | 56,4 | 56,5 | 56,6 | 56,7 | 56,8 | 56,9 | 57,0 | 57,1 | 57,2 | 57,3 | 57,4 | 57,5 | 57,6 | 57,7 | 57,8 | 57,9 | 58,0 | 58,1 | 58,2 | 58,3 | 58,4 | 58,5 | 58,6 | 58,7 | 58,8 | 58,9 | 59,0 | 59,1 | 59,2 | 59,3 | 59,4 | 59,5 | 59,6 | 59,7 | 59,8 | 59,9 | 60,0 | 60,1 | 60,2 | 60,3 | 60,4 | 60,5 | 60,6 | 60,7 | 60,8 | 60,9 | 61,0 | 61,1 | 61,2 | 61,3 | 61,4 | 61,5 | 61,6 | 61,7 | 61,8 | 61,9 | 62,0 | 62,1 | 62,2 | 62,3 | 62,4 | 62,5 | 62,6 | 62,7 | 62,8 | 62,9 | 63,0 | 63,1 | 63,2 | 63,3 | 63,4 | 63,5 | 63,6 | 63,7 | 63,8 | 63,9 | 64,0 | 64,1 | 64,2 | 64,3 | 64,4 | 64,5 | 64,6 | 64,7 | 64,8 | 64,9 | 65,0 | 65,1 | 65,2 | 65,3 | 65,4 | 65,5 | 65,6 | 65,7 | 65,8 | 65,9 | 66,0 | 66,1 | 66,2 | 66,3 | 66,4 | 66,5 | 66,6 | 66,7 | 66,8 | 66,9 | 67,0 | 67,1 | 67,2 | 67,3 | 67,4 | 67,5 | 67,6 | 67,7 | 67,8 | 67,9 | 68,0 | 68,1 | 68,2 | 68,3 | 68,4 | 68,5 | 68,6 | 68,7 | 68,8 | 68,9 | 69,0 | 69,1 | 69,2 | 69,3 | 69,4 | 69,5 | 69,6 | 69,7 | 69,8 | 69,9 | 70,0 | 70,1 | 70,2 | 70,3 | 70,4 | 70,5 | 70,6 | 70,7 | 70,8 | 70,9 | 71,0 | 71,1 | 71,2 | 71,3 | 71,4 | 71,5 | 71,6 | 71,7 | 71,8 | 71,9 | 72,0 | 72,1 | 72,2 | 72,3 | 72,4 | 72,5 | 72,6 | 72,7 | 72,8 | 72,9 | 73,0 | 73,1 | 73,2 | 73,3 | 73,4 | 73,5 | 73,6 | 73,7 | 73,8 | 73,9 | 74,0 | 74,1 | 74,2 | 74,3 | 74,4 | 74,5 | 74,6 | 74,7 | 74,8 | 74,9 | 75,0 | 75,1 | 75,2 | 75,3 | 75,4 | 75,5 | 75,6 | 75,7 | 75,8 | 75,9 | 76,0 | 76,1 | 76,2 | 76,3 | 76,4 | 76,5 | 76,6 | 76,7 | 76,8 | 76,9 | 77,0 | 77,1 | 77,2 | 77,3 | 77,4 | 77,5 | 77,6 | 77,7 | 77,8 | 77,9 | 78,0 | 78,1 | 78,2 | 78,3 | 78,4 | 78,5 | 78,6 | 78,7 | 78,8 | 78,9 | 79,0 | 79,1 | 79,2 | 79,3 | 79,4 | 79,5 | 79,6 | 79,7 | 79,8 | 79,9 | 80,0 | 80,1 | 80,2 | 80,3 | 80,4 | 80,5 | 80,6 | 80,7 | 80,8 | 80,9 | 81,0 | 81,1 | 81,2 | 81,3 | 81,4 | 81,5 | 81,6 | 81,7 | 81,8 | 81,9 | 82,0 | 82,1 | 82,2 | 82,3 | 82,4 | 82,5 | 82,6 | 82,7 | 82,8 | 82,9 | 83,0 | 83,1 | 83,2 | 83,3 | 83,4 | 83,5 | 83,6 | 83,7 | 83,8 | 83,9 | 84,0 | 84,1 | 84,2 | 84,3 | 84,4 | 84,5 | 84,6 | 84,7 | 84,8 | 84,9 | 85,0 | 85,1 | 85,2 | 85,3 | 85,4 | 85,5 | 85,6 | 85,7 | 85,8 | 85,9 | 86,0 | 86,1 | 86,2 | 86,3 | 86,4 | 86,5 | 86,6 | 86,7 | 86,8 | 86,9 | 87,0 | 87,1 | 87,2 | 87,3 | 87,4 | 87,5 | 87,6 | 87,7 | 87,8 | 87,9 | 88,0 | 88,1 | 88,2 | 88,3 | 88,4 | 88,5 | 88,6 | 88,7 | 88,8 | 88,9 | 89,0 | 89,1 | 89,2 | 89,3 | 89,4 | 89,5 | 89,6 | 89,7 | 89,8 | 89,9 | 90,0 | 90,1 | 90,2 | 90,3 | 90,4 | 90,5 | 90,6 | 90,7 | 90,8 | 90,9 | 91,0 | 91,1 | 91,2 | 91,3 | 91,4 | 91,5 | 91,6 | 91,7 | 91,8 | 91,9 | 92,0 | 92,1 | 92,2 | 92,3 | 92,4 | 92,5 | 92,6 | 92,7 | 92,8 | 92,9 | 93,0 | 93,1 | 93,2 | 93,3 | 93,4 | 93,5 | 93,6 | 93,7 | 93,8 | 93,9 | 94,0 | 94,1 | 94,2 | 94,3 | 94,4 | 94,5 | 94,6 | 94,7 | 94,8 | 94,9 | 95,0 | 95,1 | 95,2 | 95,3 | 95,4 | 95,5 | 95,6 | 95,7 | 95,8 | 95,9 | 96,0 | 96,1 | 96,2 | 96,3 | 96,4 | 96,5 | 96,6 | 96,7 | 96,8 | 96,9 | 97,0 | 97,1 | 97,2 | 97,3 | 97,4 | 97,5 | 97,6 | 97,7 | 97,8 | 97,9 | 98,0 | 98,1 | 98,2 | 98,3 | 98,4 | 98,5 | 98,6 | 98,7 | 98,8 | 98,9 | 99,0 | 99,1 | 99,2 | 99,3 | 99,4 | 99,5 | 99,6 | 99,7 | 99,8 | 99,9 | 100,0 | 100,1 | 100,2 | 100,3 | 100,4 | 100,5 | 100,6 | 100,7 | 100,8 | 100,9 | 101,0 | 101,1 | 101,2 | 101,3 | 101,4 | 101,5 | 101,6 | 101,7 | 101,8 | 101,9 | 102,0 | 102,1 | 102,2 | 102,3 | 102,4 | 102,5 | 102,6 | 102,7 | 102,8 | 102,9 | 103,0 | 103,1 | 103,2 | 103,3 | 103,4 | 103,5 | 103,6 | 103,7 | 103,8 | 103,9 | 104,0 | 104,1 | 104,2 | 104,3 | 104,4 | 104,5 | 104,6 | 104,7 | 104,8 | 104,9 | 105,0 | 105,1 | 105,2 | 105,3 | 105,4 | 105,5 | 105,6 | 105,7 | 105,8 | 105,9 | 106,0 | 106,1 | 106,2 | 106,3 | 106,4 | 106,5 | 106,6 | 106,7 | 106,8 | 106,9 | 107,0 | 107,1 | 107,2 | 107,3 | 107,4 | 107,5 | 107,6 | 107,7 | 107,8 | 107,9 | 108,0 | 108,1 | 108,2 | 108,3 | 108,4 | 108,5 | 108,6 | 108,7 | 108,8 | 108,9 | 109,0 | 109,1 | 109,2 | 109,3 | 109,4 | 109,5 | 109,6 | 109,7 | 109,8 | 109,9 | 110,0 | 110,1 | 110,2 | 110,3 | 110,4 | 110,5 | 110,6 | 110,7 | 110,8 | 110,9 | 111,0 | 111,1 | 111,2 | 111,3 | 111,4 | 111,5 | 111,6 | 111,7 | 111,8 | 111,9 | 112,0 | 112,1 | 112,2 | 112,3 | 112,4 | 112,5 | 112,6 | 112,7 | 112,8 | 112,9 | 113,0 | 113,1 | 113,2 | 113,3 | 113,4 | 113,5 | 113,6 | 113,7 | 113,8 | 113,9 | 114,0 | 114,1 | 114,2 | 114,3 | 114,4 | 114,5 | 114,6 | 114,7 | 114,8 | 114,9 | 115,0 | 115,1 | 115,2 | 115,3 | 115,4 | 115,5 | 115,6 | 115,7 | 115,8 | 115,9 | 116,0 | 116,1 | 116,2 | 116,3 | 116,4 | 116,5 | 116,6 | 116,7 | 116,8 | 116,9 | 117,0 | 117,1 | 117,2 | 117,3 | 117,4 | 117,5 | 117,6 | 117,7 | 117,8 | 117,9 | 118,0 | 118,1 | 118,2 | 118,3 | 118,4 | 118,5 | 118,6 | 118,7 | 118,8 | 118,9 | 119,0 | 119,1 | 119,2 | 119,3 | 119,4 | 119,5 | 119,6 | 119,7 | 119,8 | 119,9 | 120,0 | 120,1 | 120,2 | 120,3 | 120,4 | 120,5 | 120,6 | 120,7 | 120,8 | 120,9 | 121,0 | 121,1 | 121,2 | 121,3 | 121,4 | 121,5 | 121,6 | 121,7 | 121,8 | 121,9 | 122,0 | 122,1 | 122,2 | 122,3 | 122,4 | 122,5 | 122,6 | 122,7 | 122,8 | 122,9 | 123,0 | 123,1 | 123,2 | 123,3 | 123,4 | 123,5 | 123,6 | 123,7 | 123,8 | 123,9 | 124,0 | 124,1 | 124,2 | 124,3 | 124,4 | 124,5 | 124,6 | 124,7 | 124,8 | 124,9 | 125,0 | 125,1 | 125,2 | 125,3 | 125,4 | 125,5 | 125,6 | 125,7 | 125,8 | 125,9 | 126,0 | 126,1 | 126,2 | 126,3 | 126,4 | 126,5 | 126,6 | 126,7 | 126,8 | 126,9 | 127,0 | 127,1 | 127,2 | 127,3 | 127,4 | 127,5 | 127,6 | 127,7 | 127,8 | 127,9 | 128,0 | 128,1 | 128,2 | 128,3 | 128,4 | 128,5 | 128,6 | 128,7 | 128,8 | 128,9 | 129,0 | 129,1 | 129,2 | 129,3 | 129,4 | 129,5 | 129,6 | 129,7 | 129,8 | 129,9 | 130,0 | 130,1 | 130,2 | 130,3 | 130,4 | 130,5 | 130,6 | 130,7 | 130,8 | 130,9 | 131,0 | 131,1 | 131,2 | 131,3 | 131,4 | 131,5 | 131,6 | 131,7 | 131,8 | 131,9 | 132,0 | 132,1 | 132,2 | 132,3 | 132,4 | 132,5 | 132,6 | 132,7 | 132,8 | 132,9 | 133,0 | 133,1 | 133,2 | 133,3 | 133,4 | 133,5 | 133,6 | 133,7 | 133,8 | 133,9 | 134,0 | 134,1 | 134,2 | 134,3 | 134,4 | 134,5 | 134,6 | 134,7 | 134,8 | 134,9 | 135,0 | 135,1 | 135,2 | 135,3 | 135,4 | 135,5 | 135,6 | 135,7 | 135,8 | 135,9 | 136,0 | 136,1 | 136,2 | 136,3 | 136,4 | 136,5 | 136,6 | 136,7 | 136,8 | 136,9 | 137,0 | 137,1 | 137,2 | 137,3 | 137,4 | 137,5 | 137,6 | 137,7 | 137,8 | 137,9 | 138,0 | 138,1 | 138,2 | 138,3 | 138,4 | 138,5 | 138,6 | 138,7 | 138,8 | 138,9 | 139,0 | 139,1 | 139,2 | 139,3 | 139,4 | 139,5 | 139,6 | 139,7 | 139,8 | 139,9 | 140,0 | 140,1 | 140,2 | 140,3 | 140,4 | 140,5 | 140,6 | 140,7 | 140,8 | 140,9 | 141,0 | 141,1 | 141,2 | 141,3 | 141,4 | 141,5 | 141,6 | 141,7 | 141,8 | 141,9 | 142,0 | 142,1 | 142,2 | 142,3 | 142,4 | 142,5 | 142,6 | 142,7 | 142,8 | 142,9 | 143,0 | 143,1 | 143,2 | 143,3 | 143,4 | 143,5 | 143,6 | 143,7 | 143,8 | 143,9 | 144,0 | 144,1 | 144,2 | 144,3 | 144,4 | 144,5 | 144,6 | 144,7 | 144,8 | 144,9 | 145,0 | 145,1 | 145,2 | 145,3 | 145,4 | 145,5 | 145,6 | 145,7 | 145,8 | 145,9 | 146,0 | 146,1 | 146,2 | 146,3 | 146,4 | 146,5 | 146,6 | 146,7 | 146,8 | 146,9 | 147,0 | 147,1 | 147,2 | 147,3 | 147,4 | 147,5 | 147,6 | 147,7 | 147,8 | 147,9 | 148,0 | 148,1 | 148,2 | 148,3 | 148,4 | 148,5 | 148,6 | 148,7 | 148,8 | 148,9 | 149,0 | 149,1 | 149,2 | 149,3 | 149,4 | 149,5 | 149,6 | 149,7 | 149,8 | 149,9 | 150,0 | 150,1 | 150,2 | 150,3 | 150,4 | 150,5 | 150,6 | 150,7 | 150,8 | 150,9 | 151,0 | 151,1 | 151,2 | 151,3 | 151,4 | 151,5 | 151,6 | 151,7 | 151,8 | 151,9 | 152,0 | 152,1 | 152,2 | 152,3 | 152,4 | 152,5 | 152,6 | 152,7 | 152,8 | 152,9 | 153,0 | 153,1 | 153,2 | 153,3 | 153,4 | 153,5 | 153,6 | 153,7 | 153,8 | 153,9 | 154,0 | 154,1 | 154,2 | 154,3 | 154,4 | 154,5 | 154,6 | 154,7 | 154,8 | 154,9 | 155,0 | 155,1 | 155,2 | 155,3 | 155,4 | 155,5 | 155,6 | 155,7 | 155,8 | 155,9 | 156,0 | 156,1 | 156,2 | 156,3 | 156,4 | 156,5 | 156,6 | 156,7 | 156,8 | 156,9 | 157,0 | 157,1 | 157,2 | 157,3 | 157,4 | 157,5 | 157,6 | 157,7 | 157,8 | 157,9 | 158,0 | 158,1 | 158,2 | 158,3 | 158,4 | 158,5 | 158,6 | 158,7 | 158,8 | 158,9 | 159,0 | 159,1 | 159,2 | 159,3 | 159,4 | 159,5 | 159,6 | 159,7 | 159,8 | 159,9 | 160,0 | 160,1 | 160,2 | 160,3 | 160,4 | 160,5 | 160,6 | 160,7 | 160,8 | 160,9 | 161,0 | 161,1 | 161,2 | 161,3 | 161,4 | 161,5 | 161,6 | 161,7 | 161,8 | 161,9 | 162,0 | 162,1 | 162,2 | 162,3 | 162,4 | 162,5 | 162,6 | 162,7 | 162,8 | 162,9 | 163,0 | 163,1 | 163,2 | 163,3 | 163,4 | 163,5 | 163,6 | 163,7 | 163,8 | 163,9 | 164,0 | 164,1 | 164,2 | 164,3 | 164,4 | 164,5 | 164,6 | 164,7 | 164,8 | 164,9 | 165,0 | 165,1 | 165,2 | 165,3 | 165,4 | 165,5 | 165,6 | 165,7 | 165,8 | 165,9 | 166,0 | 166,1 | 166,2 | 166,3 | 166,4 | 166,5 | 166,6 | 166,7 | 166,8 | 166,9 | 167,0 | 167,1 | 167,2 | 167,3 | 167,4 | 167,5 | 167,6 | 167,7 | 167,8 | 167,9 | 168,0 | 168,1 | 168,2 | 168,3 | 168,4 | 168,5 | 168,6 | 168,7 | 168,8 | 168,9 | 169,0 | 169,1 | 169,2 | 169,3 | 169,4 | 169,5 | 169,6 | 169,7 | 169,8 | 169,9 | 170,0 | 170,1 | 170,2 | 170,3 | 170,4 | 170,5 | 170,6 | 170,7 | 170,8 | 170,9 | 171,0 | 171,1 | 171,2 | 171,3 | 171,4 | 171,5 | 171,6 | 171,7 | 171,8 | 171,9 | 172,0 | 172,1 | 172,2 | 172,3 | 172,4 | 172,5 | 172,6 | 172,7 | 172,8 | 172,9 | 173,0 | 173,1 | 173,2 | 173,3 | 173,4 | 173,5 | 173,6 | 173,7 | 173,8 | 173,9 | 174,0 | 174,1 | 174,2 | 174,3 | 174,4 | 174,5 | 174,6 | 174,7 | 174,8 | 174,9 | 175,0 | 175,1 | 175,2 | 175,3 | 175,4 | 175,5 | 175,6 | 175,7 | 175,8 | 175,9 | 176,0 | 176,1 | 176,2 | 176,3 | 176,4 | 176,5 | 176,6 | 176,7 | 176,8 | 176,9 | 177,0 | 177,1 | 177,2 | 177,3 | 177,4 | 177,5 | 177,6 | 177,7 | 177,8 | 177,9 | 178,0 | 178,1 | 178,2 | 178,3 | 178,4 | 178,5 | 178,6 | 178,7 | 178,8 | 178,9 | 179,0 | 179,1 | 179,2 | 179,3 | 179,4 | 179,5 | 179,6 | 179,7 | 179,8 | 179,9 | 180,0 | 180,1 | 180,2 | 180,3 | 180,4 | 180,5 |
|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|

|                        |        |   |                         |        |   |   |        |       |      |
|------------------------|--------|---|-------------------------|--------|---|---|--------|-------|------|
| 5 Benzol               | -      | - | -                       | 9      | - | - | 10,4   | 30    | -    |
| Toluol                 | -      | - | -                       | 37     | - | - | 38,9   | 39    | -    |
| Xylol                  | -      | - | -                       | 42,5   | - | - | 45,4   | 46    | -    |
| Höhere Arom.           | -      | - | -                       | 11,6   | - | - | 5,3    | 5     | -    |
| Restbenzin             | 86,4   | - | 86,5                    | -      | - | - | -      | -     | 77,5 |
| OKtanzahl              | 80,8   | - | 79,9                    | 79,0   | - | - | 79,1   | 78,5  | -    |
| Motor                  | 88,96  | - | 94,2                    | -      | - | - | 94,5   | 95,5  | -    |
| Motor-<br>0,12% Pb     | -      | - | -                       | -      | - | - | -      | -     | -    |
| Restbenzin >100°       | 42,4   | - | 27,6                    | 28,4   | - | - | 43,2   | 36,8  | 49,5 |
| Gew.-% v. Gesamtbenzin | 0,803  | - | 0,771                   | 0,769  | - | - | 0,766  | 0,767 | 0,77 |
| Spez.-Gewicht/15°C     | + 51,7 | - | + 51                    | + 50,4 | - | - | + 51,9 | + 52  | + 52 |
| Anilinpunkt I          | + 53,6 | - | + 54                    | + 52,6 | - | - | + 53,0 | + 53  | + 53 |
| Anilinpunkt II         | 108    | - | 103                     | 107    | - | - | 105    | 107   | 109  |
| Siedebeginn °C         | 5      | - | 42                      | 49     | - | - | 55     | 44    | 54   |
| 5 - 130                | 38,5   | - | 90                      | 94     | - | - | -      | -     | 54   |
| 5 - 150                | 76     | - | -                       | -      | - | - | -      | -     | 54   |
| 5 - 180                | 204    | - | 163                     | 160    | - | - | 244    | 245   | 245  |
| Endpunkt °C            | 44,5   | - | 45                      | 41     | - | - | 43,5   | 43,5  | 43   |
| Paraffine              | 52     | - | 50                      | 56     | - | - | 55     | 55,5  | 56   |
| Naphthene              | 2,5    | - | 4                       | 2,5    | - | - | 2      | 1     | 1    |
| Aromaten               | 1      | - | 1                       | 0,5    | - | - | 0,5    | 0     | 0    |
| Ungekennzeichnete      | 49     | - | -                       | -      | - | - | -      | -     | -    |
| OKtanzahl Res.-Methode | 50     | - | 65,2                    | 6 7    | - | - | 67,1   | 66,4  | 68   |
| Motor-                 | 73,8   | - | 83                      | -      | - | - | 83,2   | -     | -    |
| Motor-<br>0,12% Pb     | -      | - | -                       | -      | - | - | -      | -     | -    |
| Überladung             | -      | - | 3933<br>(-100;<br>5973) | -      | - | - | 6040   | 6038  | 6036 |



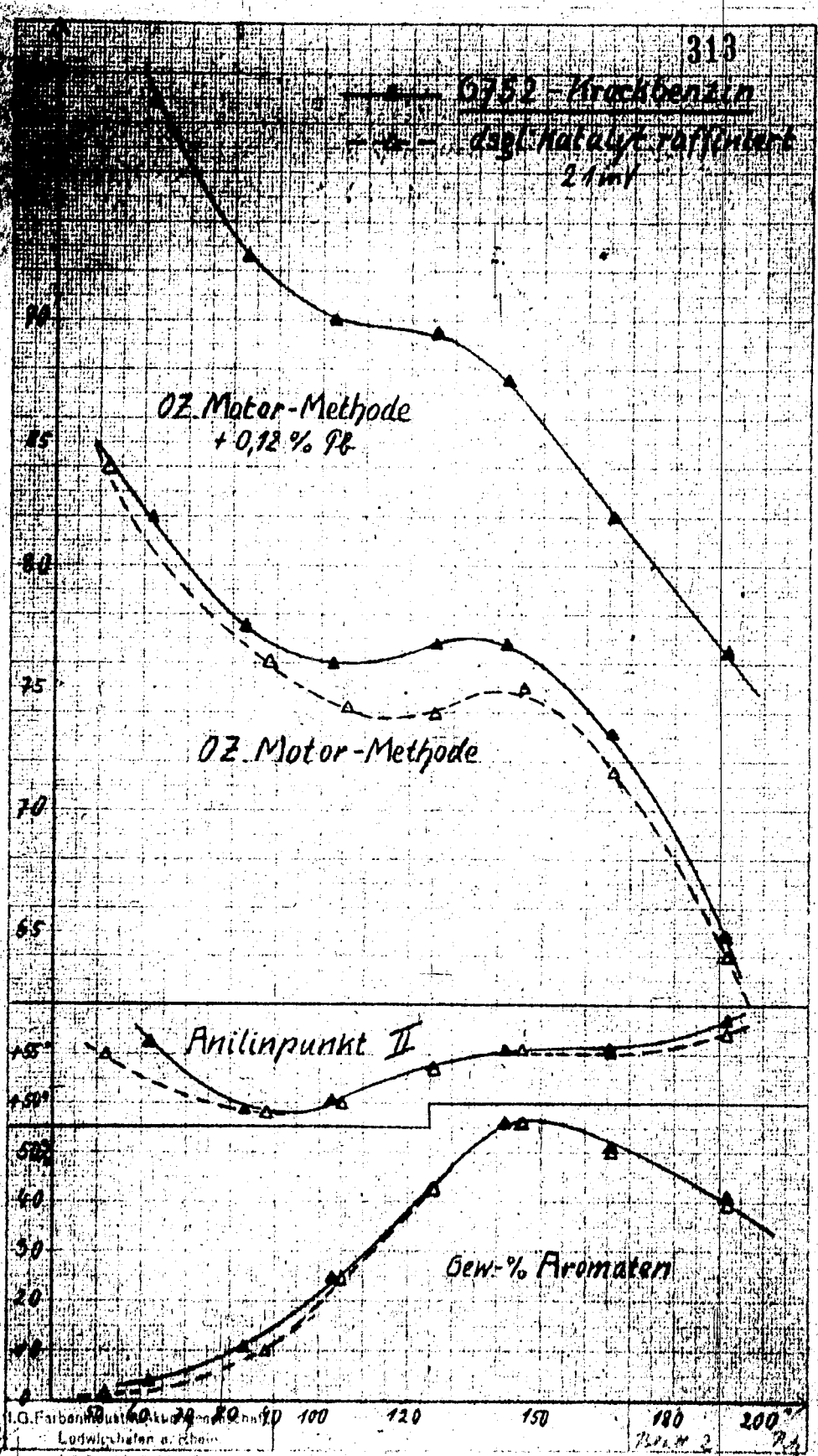




313

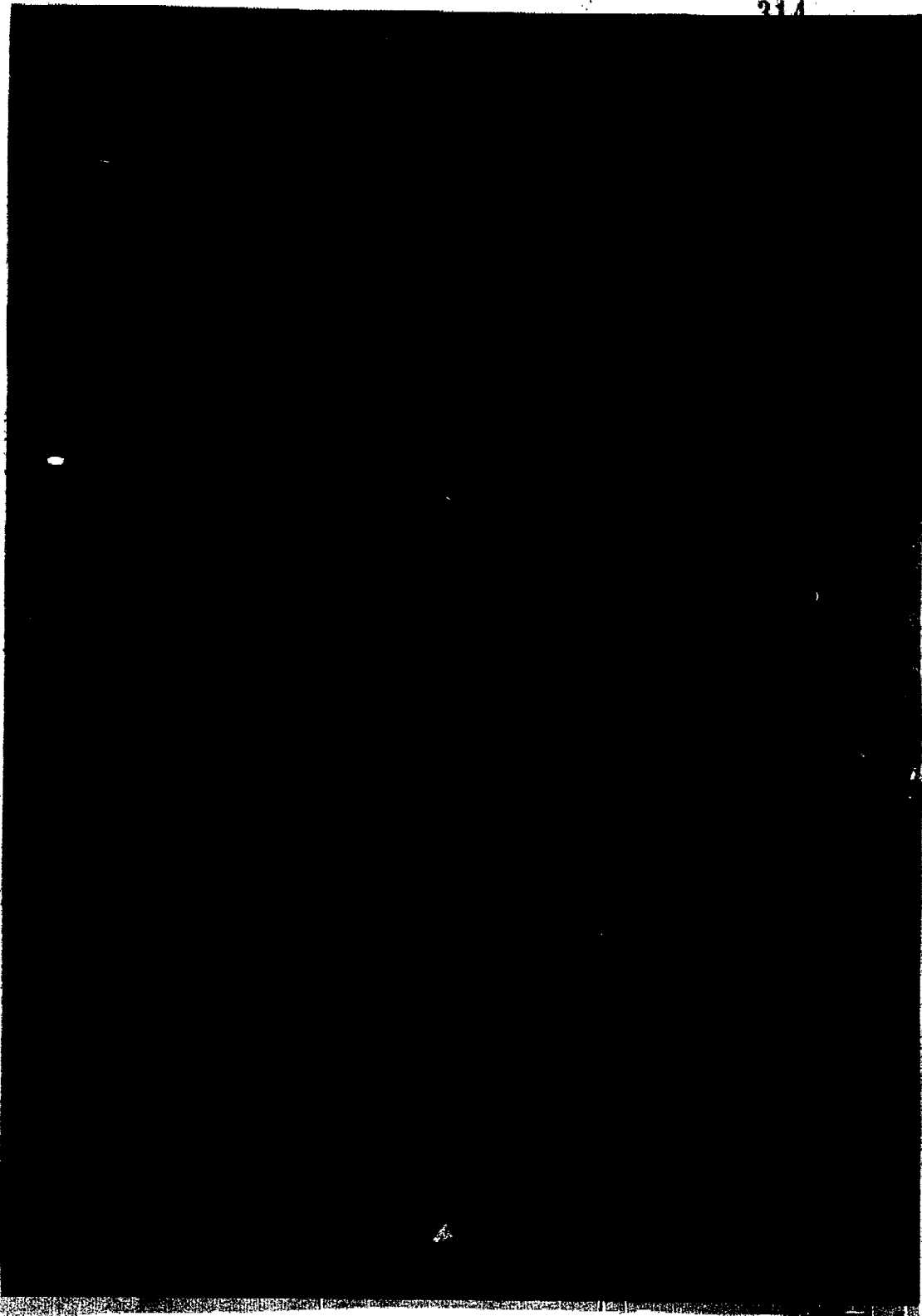
6752 - Krockbenzin

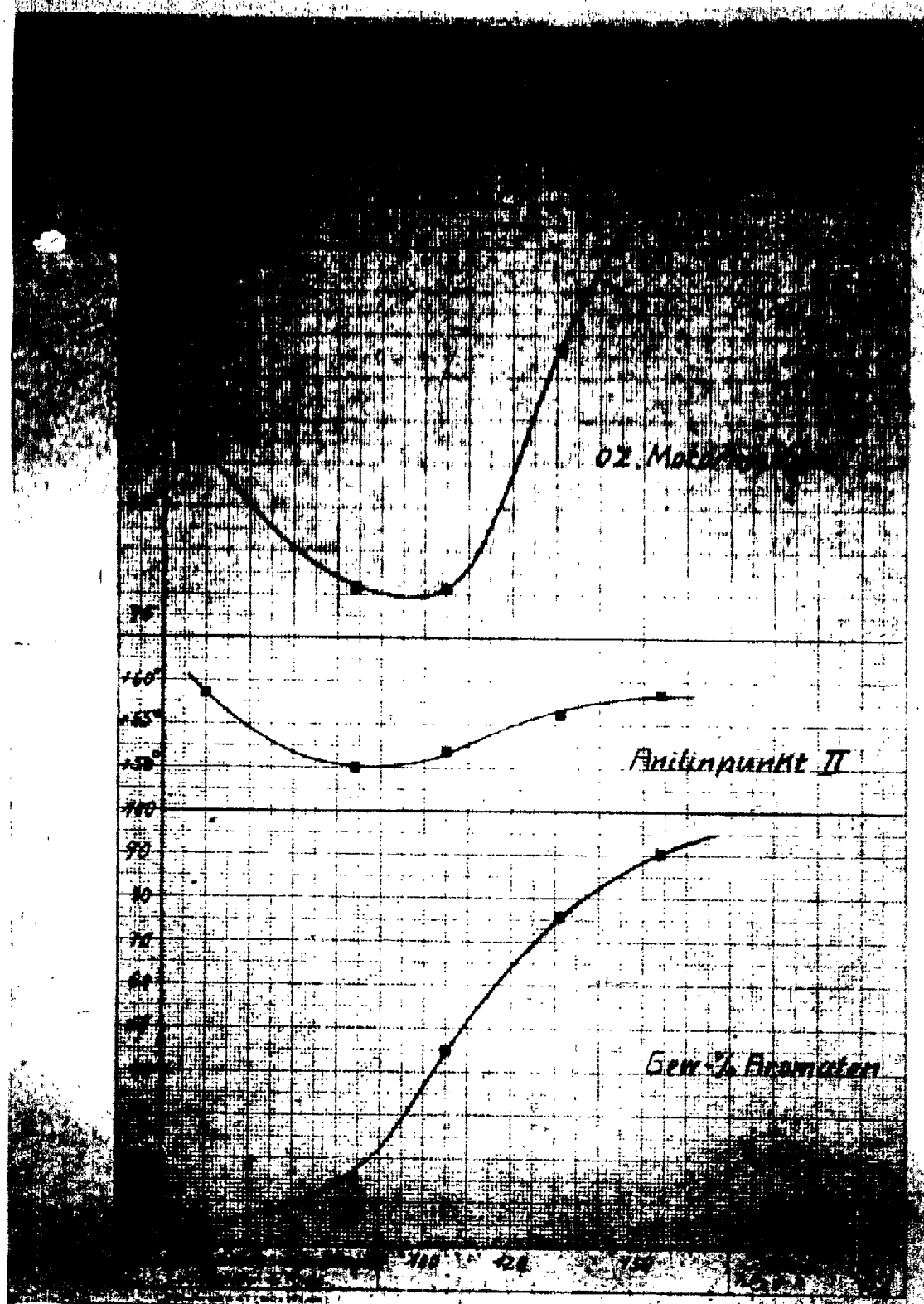
dschl. Katalysator raffiniert  
21 ml

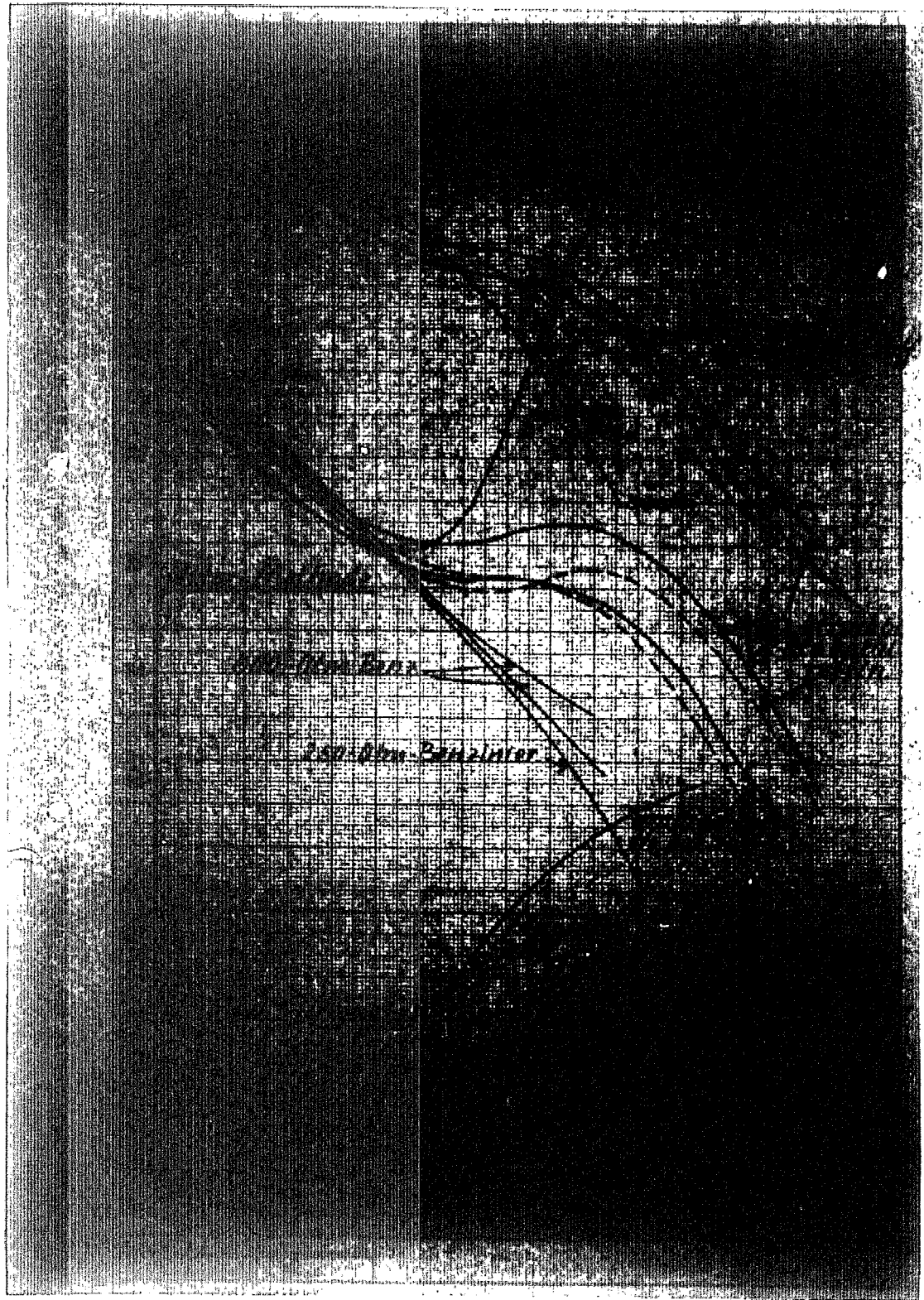


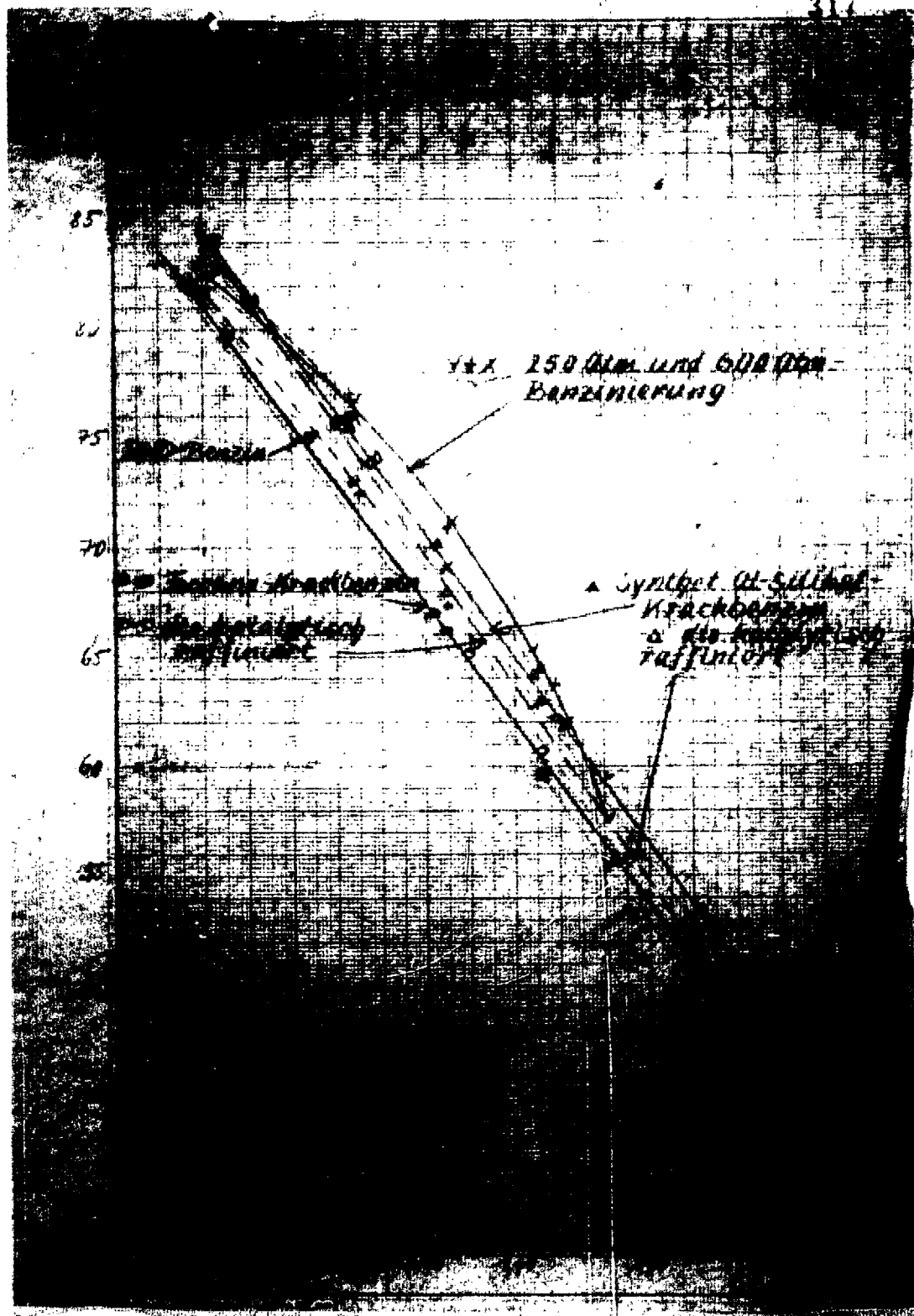
74902

314









ORIGINAL SECTION

HYDROLYTIC REACTIONS

ON

HYDROLYTIC... HYDROLYTIC... HYDROLYTIC...

Source of Documents: Collection L. G. Central  
Library

Folder No: 015/III-B-6

Filed by: VIG.

Date:

TITLE PAGE

MISCELLANEOUS REPORTS ON HYDROGENATION.  
HOCHDRUCKVERSUCHE LABORATORIES.



TITLE PAGE

1. Spaltung von Erdölmittelölen und -schwerölen (Druck- und Vakuumdestillaten) über Kontakt V935. (Nach Versuchen im 10 ltr.-Ofen mit Gaskreislauf).

The splitting of crude middle and heavy oils (pressure and vacuum distillates) over catalyst V935. (According to tests carried out in a 10 ltr. furnace with gas circulation).

Frame Nos. 318 - 337

**Spaltung von Erdölmittelslen und -schwerölen  
(Druck- und Vakuumdestillaten) über Kontakt 7932<sup>1)</sup>**

(Nach Versuchen in 10-Ltr.-Ofen mit Gaskreislauf)

**ZUSAMMENFASSUNG**

Im Anschluß an Versuche in 1-Ltr.-Ofen wurde ein 10-Ltr.-Ofen mit Gaskreislauf zur dehydrierenden Spaltung von Mittelslen und Destillateschwerölen aus wasserstoffreichem und -armen Erdöl eingesetzt. Die Versuche wurden, wie folgende zusammenfassende Tabelle zeigt, bei 40-50 atm  $H_2$ -Druck, 2,5 Durchsatz mit einem regenerierbaren  $Al_2O_3/FeO_3$  Katalysator durchgeführt.

- 2 -

1) Zugleich 5. Bericht über Verarbeitung von Mittelslen über Dehydrierungskontakten. 4.Vgl.Bericht 194631 vom 23.Sept.41.

206821

- 2 -

Tabelle

319

| Ausgangsmaterial<br>Spez.Gew./50% Produkt<br>Anilinpunkt/° N | Mittelsl             |                    | Destillat >350°                                           |                                                          |
|--------------------------------------------------------------|----------------------|--------------------|-----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
|                                                              | N-reich<br>0,814/870 | N-arm<br>0,878/895 | N-reich<br>0,882/460<br>ber.<br>-12,6<br>565-525°<br>Thg. | N-arm<br>0,827/470°<br>ber.<br>-11,5<br>505-525°<br>Thg. |
| Gesamt-Druck (°)                                             | 70 (90)              | 68 (80)            | 70 (90)                                                   | 75 (90)                                                  |
| H <sub>2</sub> -Druck                                        | 41                   | 53                 | 50                                                        | 48                                                       |
| Temperatur HV/°C                                             | 25 26,3/<br>476 501° | 25/476             | 25/476                                                    | 25 26/<br>476 495                                        |
| Durchsatz<br>cm Gas/kg<br>Oxydallänge Std.                   | 0,5<br>2,0<br>40     | 0,5<br>2,0<br>12   | 0,5<br>2,0<br>12                                          | 0,5<br>2,0<br>20-35                                      |
| Geschätzte erreichbare<br>Oxidallänge Std.                   | ca. 100              | ca. 50             | ca. 50                                                    | ca. 25                                                   |
| Ausbeute Gew.-%                                              |                      |                    |                                                           |                                                          |
| Benzin - 170°                                                | 44                   | 27,5               | 16,5                                                      | 16                                                       |
| Mittelsl - 170-350°                                          | 46                   | 67,5               | 45                                                        | 39                                                       |
| Schweröl - 350°                                              | -                    | -                  | 31,5                                                      | 34                                                       |
| Gas (H <sub>2</sub> + O <sub>2</sub> )                       | 9,7                  | 4,1                | 5,5                                                       | 7                                                        |
| Gas + Koks/Benzin + Gas + Koks                               | 0,15                 | 0,75               | 1,5                                                       | 4                                                        |
| Gas + Koks/Benzin - 350° + Gas + Koks                        | -                    | -                  | 9 %                                                       | 16,5 %                                                   |
| H <sub>2</sub> -Verbrauch cm/to Frischöl                     | 90                   | 115                | 95                                                        | 165                                                      |
| Fraktionierungen                                             |                      |                    |                                                           |                                                          |
| Benzin                                                       |                      |                    |                                                           |                                                          |
| Spez.Gew.                                                    | 0,728                | 0,740              | 0,718                                                     | 0,724                                                    |
| Anilinpunkt                                                  | 48,5                 | 45,5               | 46                                                        | 52                                                       |
| ° - 70/100/20°                                               | 11,5/35              | 4,5/25             | 7/32                                                      | 3/28                                                     |
| Siedepunkt                                                   | 174                  | 172                | 175                                                       | 175                                                      |
| % Aromaten                                                   | 20                   | 17                 | 10,5                                                      | 14,5                                                     |
| % Naphthene                                                  | 12                   | 28                 | 22,0                                                      | 16,0                                                     |
| Jodzahl (Mann 30)                                            | 5,8                  | 4,4                | -                                                         | -                                                        |
| Oktanzahl N/M+0,12 Pb                                        | 52,5/78,5            | 62,5/82            | 46/-                                                      | 52/-                                                     |
| Mittelsl                                                     |                      |                    |                                                           |                                                          |
| Spez.Gew.                                                    | 0,848                | 0,854              | 0,852                                                     | 0,859                                                    |
| Anilinpunkt                                                  | 41                   | 45,5               | 60,5                                                      | 48                                                       |
| Siedebeginn/Siedepunkt 50 %                                  | 187/393              | 192/356            | 191/350                                                   | 193/350                                                  |
| Octanzahl                                                    | 258                  | 255                | 267                                                       | 270                                                      |
| Stockpunkt                                                   | 58                   | 34,5               | 48                                                        | 42,5                                                     |
| Viskosität °2/20°                                            | -                    | -                  | -75<br>128                                                | -85<br>1,28                                              |
| Rückstand                                                    |                      |                    |                                                           |                                                          |
| Spez.Gewicht/20°                                             |                      |                    | 0,917                                                     | 0,969                                                    |
| Viskosität °2/50°                                            |                      |                    | 2,0<br>18,0<br>+ 25°                                      | 2,0<br>19,0<br>+ 17°                                     |
| Siedepunkt                                                   |                      |                    | 250                                                       | 250                                                      |
| Stockpunkt                                                   |                      |                    | 0,17                                                      | 0,65                                                     |
| Kohlentest                                                   |                      |                    | 206/-325°                                                 | 203/325-91,2                                             |
| Siedebeginn/B.P.Vac.                                         |                      |                    | -265                                                      | 101°                                                     |

1) Berechneter Gesamtdruck wenn Kreislaufverlust klein.

- 3 -

320

Aus Mittelslen wurden 30-45% Benzin, aus Schweröl 10% Benzin und 40-45% Mittelsl mit 15 - 20% Verlust auf Neubildung erhalten. Die wasserstoffreicheren Öle lassen sich leichter verarbeiten als wasserstoffarme.

Die erhaltenen Benzine haben bis zu 20% Aromaten, sind gesättigt, haben aber keine hohe Oktanzahl. Sie beträgt 46-52 bei Verarbeitung von Schwerölen und 38-53 bei Mittelslen. Die Benzine enthalten nicht viel Naphthene und sind infolgedessen für das EHD-Verfahren nur wenig geeignet.

Die Mittelsle sind stärker dehydriert. Sie lassen sich schnell katalytisch kracken, hingegen ist ihre Benziniertbarkeit über K 6494 sehr gut. Sie geben die doppelte Leistung gegenüber straight run Mittelsl. Die Oktanzahl der 6494 Benzine liegt im mindestens 1-3 Punkte über der aus dem gleichen Erdöl durch normale Hydrierung erhaltenen. Die Oktanzahl der dehydrierten Mittelsle lag zwischen 35 und 48, sie ist höher bei der Verarbeitung von Schweröl, gemäß der allgemeinen Regel, daß die Dehydrierung der obersten Fraktionen am stärksten ist.

Der über 350° siedende Rückstand hat ein spez.Gewicht von 0,90 bis 0,97, das gegenüber dem Ausgangsmaterial um etwa 0,04 erhöht ist. Der Rückstand ist klein (0,17-0,65), aber der Stockpunkt bei den verschiedenen Ölen mit 425 bzw. 417 noch hoch.

Der Wasserstoffverbrauch je to Benzin aus wasserstoffreichem bzw. -armen Mittelsl ist 200 - 400 cm und je to Benzin + Mittelsl aus Schweröl 300 - 500 cm. Das anfallende Gas ist gesättigt und hat eine H<sub>2</sub>-Konz. von 15 bzw. 4-5%, 15 bzw. 0,5% und 57 bzw. 0,5%. Von diesen sind 20% Kohlenstoff.

- 4 -

Beschreibung der Versuche.

Im Anschluß an Versuche zur dehydrierenden Spaltung von Mittelöl- und Schwerölfractionen aus Erdölruckdestillaten im 1-Ltr.-Ofen (vgl. Ber. 1944 I vom 23.9.42) wurden Versuche mit ähnlichem Ofen in einer etwas größeren Versuchseinheit (10-Ltr.-Ofen 601) mit Kreislauflauf durchgeführt.

Ausgangsstoffe (vgl. Tabelle 1)

- a) Mittelöle: 1) P 109 (Elverath) Mittelöl von 225-340° für anfängliche orientierende Versuche,  
 2) P 1003 (Bruchsal) von 180-330° als wasserstoffreiches Öl,  
 3) P 1338 (Haitbrook) Bruchdestillat von 200-350° als wasserstoffarmes Öl,  
 4) Mittelöl 1170° aus Sammelprodukt Ofen 601 von 8.-10.8. aus P 1203 von 180-330° als typisches B-Mittelöl der dehydrierenden Mittelölspaltung.
- b) Schweröle: 5) P 1203 (Bruchsal) Vakuumdestillat über 350° als wasserstoffreiches Öl,  
 6) P 1338 (Haitbrook) Bruchdestillat >350° (2 Partien) als wasserstoffarmes Öl.

Kontakt:

K 7935 = Akt. Zenerde von Dr. v. Fünser + 55 g MoS<sub>2</sub>/Ltr., Charge 19, 10 mm Fülln., Schüttgewicht 0,42. Der Kontakt war vorher für Dehydrierung von Benzinen verwendet worden und war bereits 15 mal regeneriert.

Fahrweise:

Temperaturkonstant im ganzen Ofen.

Durchsatz: 0,5 kg/Ltr. Kontakt und Stunde

Gesamte : 2 cbm/kg im Kreislauflauf

Druck : Die Versuche wurden mit 50 atm Frischwasserstoff angefahren. Mit ansteigen der Dichte des Kreislauflaufgases wurde der Druck erhöht, so daß der H<sub>2</sub>-Partialdruck etwa 50 atm blieb. Meistens genügte hierzu Verfahren auf 70 atm Gesamtdruck, bisweilen wurde auf 90 atm erhöht.

Versuchsdauer: Es wurden eine Reihe von Kurversuchen ausgeführt, bei denen nach ungefährr Einstellung des Kreislaufgleichgewichtes (3-4 Stunden) über eine 8-stündige Periode Gasanalysen genommen wurden, so daß die Gesamtzykluslänge etwa 12 Stunden betrug. Daneben wurden 2 Dauerversuche von 30 und 40 Stunden durchgeführt, in deren Verlauf die Temperatur in Gegensatz zu den Kurversuchen schrittweise erhöht und mehrmals Gasanalysen genommen wurden.

**Bestimmung der Vergasung:** Die Vergasung setzt sich zusammen aus dem in Aktivität gelösten Gas (mittleres  $\bar{G}$  5,6-4), aus dem bei der Produktentstehung freierwerdenden Produktgas (mittleres  $\bar{G}$  2,6-3,2) und aus Kreislaufgasverlusten (mittleres  $\bar{G}$  1,3-1,6). Die Kreislaufgasverluste enthalten die für den Lichtschreiber an Stromabgang abgewogene Gasmenge von 170 ltr/h, die für die Kreislaufgasanalysen an Stromabgang und Stromabgang abgewogenen Gasmenge von je 40 ltr/h sowie eventuelle unkontrollierbare Verluste durch Undichtigkeiten. Letztere wurden in folgender Weise abgeschätzt: Von der Frischgasmenge ( $\bar{G}$  2,6-3,2 ltr/h) wurden der berechnete chemische Wasserstoffverbrauch und die oben angegebenen Verluste für Lichtschreiber und Analysen abgezogen. Die Differenz war in dem ersten Versuch etwa 6 ltr/h (bisherigen Werte negativ), wobei offenbar keine Undichtigkeiten vorliegen, in dem nächsten Versuch betrug die Differenz bis zu 390 ltr/h und wurde als Undichtigkeitsverlust in Rechnung gesetzt.

#### **Bestimmung des Koksmenge:**

Die auf dem Kontakt abgetriebene Koksmenge wurde aus dem Sauerstoff- (Luft) Verbrauch während der Regeneration unter Annahme einer Sauerstoffumsetzung des Kokses von 92%  $\bar{G}$  und 6% H berechnet. In den hohen Koksmengen bei den Schwefelversuchen, die die in den vorangegangenen Kleinversuchen gefundenen Koksmengen z.T. stark übersteigen, ist zu bemerken, daß offenbar schon im Vorheiser (Kleibad + elektrischer Spitzenvorheiser) Koksausscheidung eintritt, da der Vorheiser für den 3-fachen Durchsatz dimensioniert war. Möglicherweise waren auch die senkrecht stehenden Windungen des Vorheisers für Schweröle ungünstiger als waagrechtliegende Windungen.

#### **Versuchsablauf:**

1. Mit nicht mit aufgeführter orientierender Versuch
2. Mit Mittelbläsenversuch, 20 Stunden P 1203 Mittelbl. 24-25,5 mV, weitere 20 Stunden P 1203 von 100-330° 25,3-26,3 mV
3. Ein Kurver Versuch (20 Stunden) mit P 1203 von 100-330° bei 25 mV
4. Ein Schwefelversuch mit P 1338 Druckdestillat >330°, nach 11 Stunden wegen zu hoher Druckdifferenz abgestellt.
5. Bei 33 Stunden Kurverversuch 25-26 mV, wegen zu hoher Druckdifferenz abgestellt.
6. Kurverversuch mit P 1338 Mittelbl. 25 mV
7. Kurverversuch mit P 1338 Druckdest. >330°: 25 mV
8. Kaperversuch mit P 1203 Vakuumdest. >330° 25 mV
9. **Elektrifizierung des Kontaktes:** Insgesamt 1 600 g Xylolbenzofluorid wurden hierzu in Benzol gelöst (P1400 v. 90-100°) innerhalb von 6 Stunden bei Durchsatz 0,3 und 20 mV über dem Kontakt gefahren. Anschließend wurde ohne Regeneration ein Kurverversuch mit P 1203 Vakuumdest. >330° bei 25 mV gefahren, der gegenüber dem gleichen Versuch vor der Aktivierung 6% mehr Benzol und 5% weniger Schwerölstrom ergab.
10. Wiederholung des wegen zu hoher Druckdifferenz vorzeitig abgestellten vorhergehenden Versuchs.
11. Versuch wegen Störungen vorzeitig abgebrochen.

- 6 -

12. Kurvenversuch mit P 1538 Druckdestillat > 350° bei 25 at, ergab gegen-  
über dem entsprechenden Versuch vor der Fluoraktivierung des Kon-  
taktes 3% mehr Benzol und 3% weniger Schwerölrückstand.
13. Kurvenversuch mit P 1203 Mittelöl 25 at
14. Kurvenversuch wie Versuch 9 ergab 4% Benzol weniger als Versuch 9  
(Nachlassen der durch die Fluorbehandlung erhöhten Kontaktakti-  
vität)
15. Kurvenversuch mit einem B-Mittelöl aus Versuch 2 und 3 (aus P 1203  
Mittelöl) bei 25,5 at.

#### Werkstoffuntersuchung

Während der Versuche traten öftere Störungen durch Ver-  
schmutzen an einigen Stellen der Apparatur (Benzol-, Ben-  
zolin-, Kesselschale) auf, die auch durch Fehlen der Abspaltung mit  
Benzol oder Benzolin während des Betriebes wurde während der Be-  
schreibung nicht beachtet werden konnten, die aber mit der Schwere  
und nicht in Zusammenhang zu bringen sind. Das Spaltprodukt enthält  
während der Betriebsperiode viel Öl, und nur wenig Gas, und S. Die  
festen Anteile hatten hohen Schwefel- und Asphaltengehalt, die Asche be-  
stand in wesentlichen aus Kieselsäure.

#### Kontaktuntersuchung

Der Kontaktkörper sah sehr schlecht aus: 60% reine Füll-  
ung und 40% Leinwand. Die Kontaktschichten waren mit Kohlenstoff überzogen  
und hatten nur noch sehr geringe Porosität. Die poröse Schicht war  
leicht zwischen den Fingern zerbröckeln, wobei sich unter dem Druck ein  
ebensolches feines Pulver bilden konnte. In der Kontaktschicht in  
einem kleinen Reaktor war Kohlenstoff aus dem Kontakt der Kontaktschicht  
nicht herausgelöst worden, schritt er auf die Fluorbehandlung des Kon-  
taktes in einem Reaktor aus. Der Kontaktkörper enthält  
4-5% Benzol und hatte ein Asphaltengehalt von 4,5% und einen  
Schwefelgehalt von 2,5%. Der öfen enthält Kohlenstoff nach 7,5%  
Stück (750 g), der nach der Analyse zu zwei Drittel aus dem Kontakt  
bestand, während der Rest hauptsächlich aus Fe-S, bestand.

#### Zu den Tabellen

- Tabelle 1** enthält die Analysen der Ausgangsöle.
- Tabelle 2** die Mittelversuche (Versuchsbedingungen, Aufteilung des  
Gesamtanfalls in Benzol - 170°, Mittelöl 170°, Gas und Koks  
und eine kleine Abstreiferuntersuchung einschließlich eines  
Versuches mit B-Mittelöl von vorangehenden Versuchen.
- Tabelle 3** enthält die genaueren Produktuntersuchungen zu Tabelle 2  
(Kolonnensortierung, Benzol- und Mittelöluntersuchung). Die  
Benzine wurden einheitlich bei 170° Siedepunkt abgeschnitten,  
da nach früheren Versuchen in 1-Ltr.-Öfen bei 140-150° End-  
punkt sicher nicht in allen Fällen B-Qualität erreicht  
werden wäre und daher an eine Qualitätsverbesserung durch  
Dehydrierung der Benzine gedacht wurde.
- Tabelle 4** enthält Angaben über die Schwerölversuche entsprechend  
Tabelle 2 unter Aufteilung des Abstreifers in Benzol - 170°,  
Mittelöl von 170-350° und Rückstand > 350°.

- 7 -

- 7 -

- Tabelle 5** enthält die genaueren Produktuntersuchungen zu den Schwer-  
ölversuchen (Kolonnensortierung, Benzol-, Diesel- und Heiz-  
öluntersuchung)
- Tabelle 6** enthält den chemischen Wasserstoffverbrauch bei den  
einzelnen Versuchen, der aus dem mittleren S-Gehalt der  
Vergasung (einschließlich des gasförmigen Gases), aus dem C-  
und H-Gehalt des kohlensauren Abstreifers sowie einer an-  
genommenen Zusammensetzung des Kohlen von 91% C und 9% H  
berechnet wurde.
- Die folgenden Tabellen** beziehen sich auf die Weiterverarbeitung eines  
Teiles des Anfallprodukts und zwar:
- Tabelle 7** Weiterverarbeitung von Benzinen; Dehydrierung der Benzine  
aus P 1203 Mittelöl mit K 7333 bei 25 atm nach Abtrennung  
der leichten Anteile bis 50°.
- Tabelle 8** Weiterverarbeitung der Mittelöle durch Benzinsierung mit  
K 6434 in kleinem Ofen (Dr. Forster)
- Tabelle 9** Weiterverarbeitung der Mittelöle durch kat. Kracken mit  
starkem Kontakt (Dr. Frey).

#### Ergebnisse der Versuche

##### 1. Dehydrierende Spaltung von Mittelölen

Die Versuche zeigen folgendes (vgl. Kurvenblatt 1):

In Übereinstimmung mit früheren Versuchen in 1-Ltr.-Öfen  
besteht ein gewisser Zusammenhang mit dem Wasserstoffgehalt des Aus-  
gangsöles in dem Sinne, daß die Spaltung unter gleichen Bedingungen  
umso stärker ist je wasserstoffreicher das Ausgangsöl ist. Von den  
beiden wasserstoffreichen Ausgangsölen (P 1538 Druckdestillat > 350° und  
B-Mittelöl aus P 1203), die einander im S-Gehalt sehr ähnlich sind,  
ist das P 1538 Druckdestillat, das einen um 30° höhe-  
ren Siedepunkt hat, erheblich leichter spaltbar als das B-Mittelöl.  
Sowohl bei früheren ähnlichen Versuchen in 1-Ltr.-Öfen als auch bei  
der Benzinsierung ergab sich ebenfalls, daß das Reithölöl erheblich  
leichter gespalten wird als nach seinem Wasserstoffgehalt zu er-  
warten wäre, während andererseits keine Ähnlichkeit dafür vorliegt,  
daß das B-Mittelöl als Spaltprodukt besonders schwer spaltbare An-  
teile enthält.

In den Eigenschaften der Spaltprodukte spiegelt sich die  
Spalttemperatur mindestens ebenso stark wieder wie der Wasserstoff-  
gehalt des Ausgangsöles. Die B-Mittelöle waren stärker verschieden  
und ihr Anilinspunkt auch stärker von den Reaktionsbedingungen ab-  
hängig als die erhaltenen Benzine. Auffallend ist der hohe Aromaten-  
gehalt des Benzins, das durch nochmalige Behandlung des B-Mittelöls  
aus P 1203 erhalten wurde. Die B-Mittelöle waren bei den wasserstoff-  
reichen Ausgangsölen (Bruchsealer und Kivertaler Öl) als Dieselöle  
verwendbar (Octanzahlen 46-50), bei wasserstoffärmeren Ölen dagegen  
hierfür zu wasserstoffarm (Octanzahlen 34-37). Die Benzine wurden  
einheitlich bei 170° Siedepunkt als Ausgangsstoffe für eine Benzinde-  
hydrierung nach dem HBD-Verfahren abgeschnitten.

- 8 -

- 8 -

- Ähnlich war auch bei den Schwerölen (vgl. Kurvenblatt 2)  
das wasserstoffreichere Öl leichter spaltbar. Im Vergleich zu Mittel-  
ölen ist die Koksabgabe größer, die Benzinsierung kleiner und die  
erhaltenen Benzine weniger klopfest.
- Die Fluorierung des Kontaktes brachte eine Aktivitäts-  
steigerung, die jedoch nach einigen Regenerationen verfiel. Sie  
dürfte bei dem verwendeten Kontakt, insbesondere wenn man den Kontakt-  
ausbau (vgl. S. 6) bedenkt, nicht zweckmäßig sein.
- Die im Versuch gefahrten Oxydationsgrade (vgl. Kurvenblatt 3)  
ist bei Mittelölen mit max. 40 Std. größer als bei Schwerölen mit  
30 Std. und man kann, wenn man das Abklingen dabei betrachtet, bei  
40-50 atm B-Druck bei Mittelölen wohl mit 100 Std. und mehr bei  
Schwerölen (Destillat) mit 50 Std. rechnen.
- In dem Versuch vom 9./10.8. mit P 1203 Mittelöl wurde die  
Verwandlungsgeschwindigkeit genauer untersucht mit dem Ergebnis:  
22,1 bzw. 23,5 g, 25,5 g, 14,35 g, 37,25 g Kohlenwasserstoffe. Das  
Benzol enthält 23% Isopentenen, die Gesamtvergasung etwa 1% Isopentene.  
Die Gaszusammensetzung ist somit sehr ähnlich derjenigen bei der  
Benzindehydrierung mit Kontakt 7360 und wesentlich verschieden von der  
beim katalytischen Kracken, wo sie zu 60-90% aus Flüssig-  
gas mit sehr hohem Isopentengehalt besteht.
- Für Verbesserung der Klopfestigkeit wurde die aus Bruch-  
sealer Mittelöl erhaltene Schwerölsfraktion in 1-Ltr.-Öfen (Tab. 7)  
dehydriert. Diese Versuche ergaben in Anbetracht des Anilinspunktes  
des verarbeiteten Benzins etwas zu niedrige Aromaten. Dies ist durch  
einen niedrigen Naphten- und hohen (24%) Aromatengehalt des Schwer-  
benzins bedingt.
- Mittelöle aus der Verarbeitung von Reithöl Mittelöl und  
Bruchsealer Schweröl wurden (Tab. 8) in kleinem Ofen (Dr. Forster) über  
6434 benziniert.
- Es zeigte sich (vgl. Zusammenstellung Dr. Günther von 3.9.42  
Dr. 60384) im Vergleich zu Reithöl-Mittelölen mit  
gleichem Anilinspunkt etwa die doppelte Leistung. Die Octan-  
zahl der 6434 Benzine ist um mindestens 1-3 Punkte besser als aus den  
gleichen Reithöl ohne diese Dehydrierung bei etwa 50 atm.
- Dem kat. Kracken bei Dr. Frey (vgl. Tab. 9) wurden Mittelöle  
aus Bruchsealer und Reithöl Schweröl eingesetzt. Beide Mittelöle mit  
dem Anilinspunkt 50,3 bzw. 44 ergaben nur kleine Benzinsbildung und  
keine Dehydrierung (ca. 1% auf Benzol). Die durch spaltende Dehydrierung  
erhaltenen Mittelöle sind demnach für das katalytische Kracken wohl  
infolge eines hohen Aromatengehaltes nicht geeignet. Der Aromatenge-  
halt dürfte weit über 1%, d.h. den der zugehörigen Benzine liegen.

1) Hochdruckmittelöle aus Mittelölen hatten sich  
bei früheren Versuchen schlecht kracken lassen  
und wurden daher nicht untersucht.



326

Tabelle 70 AD

| Bezeichnung |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | P 169<br>Dieselöl von<br>8.1.1941                                                |
|-------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| Mittelöl    | Gew. % von Druckdestillat<br>Spec. Gewicht 20° C<br>Anilinpunkt °C<br>% C<br>% H<br>Jodzahl<br>Viskosität bei 20° C<br>Schmelzpunkt °C<br>Cetanzahl<br>Siedebeginn<br>-200° C<br>-225° C<br>-250° C<br>-275° C<br>-300° C<br>-325° C<br>-350° C<br>-375° C<br>-400° C<br>Siedepunkt °C/5                                               | 0,845<br>76<br>(86,9) <sup>1)</sup><br>(13,1)<br>225<br>19<br>45<br>84<br>342/90 |
| Bezeichnung |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                  |
| Schweröl    | Gew. % von Originalöl (bzw. Druckdest.)<br>Spec. Gewicht /9000<br>Vasser<br>Festes<br>Asche im Ganzen<br>n-Asphalt<br>Paraffin (Holde)<br>% C<br>% H<br>Siedebeginn<br>-325° C<br>-350° C<br>Vakuumkurve<br>Beginn<br>-225° C<br>-275° C<br>-325° C<br>-375° C<br>Spec. Gewichte<br>-225° C<br>225-275° C<br>275-325° C<br>über 325° C |                                                                                  |

- 1) nach früheren Chargen geschätzt  
 2) 3,7 % Vak. Dest. Rückstand

| P 1203<br>Kesselöl vom<br>8.1.1941                                                                                                                                                                 | P 1203<br>180-350°<br>v. 5.8.1941                                                                                                                    | P 1338<br>Druckdestillat<br>-350° v. 10.8.<br>1941                                                                                                                                  | Mittelöl<br>>170° aus<br>An-Fred.02.<br>601 v.8.-<br>10.8. aus<br>P 1203 -350°    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| 0,845<br>78<br>(86,9) <sup>1)</sup><br>(13,1)                                                                                                                                                      | 0,814<br>+72,7<br>85,84<br>15,92                                                                                                                     | 40,4<br>0,870<br>+48,5<br>85,77 n<br>18,24                                                                                                                                          | 0,845<br>+30,5<br>87,65<br>12,29<br>4,75                                          |
| 225<br>-<br>-<br>-<br>-<br>13<br>45<br>84<br>-<br>/90                                                                                                                                              | 171<br>12,5<br>24<br>36,5<br>22<br>78,5<br>95,5                                                                                                      | 1,42<br>-38<br>-<br>160<br>5<br>10<br>20,5<br>34,5<br>54<br>72<br>87,5<br>360/95                                                                                                    | -<br>43,5<br>155<br>8,5<br>31,5<br>55,5<br>72,5<br>85,5<br>91,5<br>94,0<br>360/96 |
| -----                                                                                                                                                                                              |                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                                                     |                                                                                   |
| <div> <div>P 1203 Vak. Dest. &gt; 350° vom 21.8.41</div> <div>P 1338 Druckdestillat &gt; 350° vom 26.7.41</div> <div>P 1338 Druckdest. &gt; 350° v. 10.8.41</div> </div>                           |                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                                                     |                                                                                   |
| 47,8 <sup>2)</sup><br>0,880<br>0,2<br>0,02<br>0,01<br>Spuren<br>6,4<br>86,44<br>12,60<br>190°<br>7,5<br>13,1<br>47 mm<br>-<br>12,4<br>28,6<br>56,3<br>0,839/20<br>0,865/40<br>0,875/60<br>0,881/90 | 45,9<br>0,951<br>0<br>0,1<br>0,04<br>0,8<br>2,6<br>85,41<br>10,82<br>-<br>0<br>18 mm<br>265<br>-<br>-<br>-<br>36,9<br>-<br>-<br>0,917/60<br>0,948/90 | 55,1<br>0,927<br>-<br>-<br>-<br>-<br>-<br>(85,6) <sup>1)</sup><br>(11,5) <sup>1)</sup><br>-<br>18 mm <sup>1)</sup><br>-<br>ca. 5<br>ca. 25<br>ca. 50<br>-<br>-<br>-<br>ca. 0,925/90 |                                                                                   |



327

Tabelle 2a. Reduzierende Analyse

| Produkt                 | P 109 Dieselöl<br>vom 8.1.1941 |                   | P 1203 v. 180-330°<br>vom 5.8.1941 |                    | P     |
|-------------------------|--------------------------------|-------------------|------------------------------------|--------------------|-------|
| Datum 1941              | 7.8.                           | -                 | 8.8.                               | -                  | 9.    |
| Druck atm               | 2-16 <sup>h</sup>              | 20-3 <sup>h</sup> | 10 <sup>h</sup>                    | 15-25 <sup>h</sup> | 17    |
| Wasserstoffpartialdruck | 30                             | 70                | 70                                 | 70                 | 68    |
| Temperatur HV           | 40                             | 52                | -                                  | 41                 | -     |
| Druckrate kg/L/Std.     | 24                             | 25,5              | 25,5                               | 26,5               | 2     |
| ohne Gas/ kg Öl         | 0,5                            | -                 | -                                  | -                  | -     |
| Kontaktperiode (Tagen.) | 8                              | -                 | -                                  | -                  | -     |
| Reaktionszeiten         | 16                             | -                 | -                                  | -                  | 1     |
| Ger. P. Katal. -170°    | 2-2                            | 12-20             | 27                                 | 33-40              | 4     |
| Mittelöl >170°          | 12-2                           | 22-5              | 22-20                              | 43-2               | 22    |
| Gas 0-1-0               | 7-2                            | 61-9              | -                                  | 46-1               | -     |
| Gas 0-1-0               | 3-2                            | 6-4               | -                                  | 2-2                | -     |
| Gas 0-1-0               | 2-2                            | 2-18              | (0-1)                              | 2-2                | (0-1) |
| Schmelzpunkt/Erweichung | 1-2                            | 1-2               | -                                  | 1-2                | -     |
| Viskosität bei 40°C     | 10-3                           | 10-2              | -                                  | 10-3               | -     |
| Viskosität bei 100°C    | -                              | -                 | -                                  | -                  | -     |
| Asphaltengehalt %       | 0,820                          | 0,808             | 0,794                              | 0,788              | 0,8   |
| Asphaltengehalt         | +50,2                          | +50,5             | +56,1                              | +43,5              | +5    |
| S. 0                    | -                              | 86,76             | -                                  | 85,96              | -     |
| S. 2                    | -                              | 13,05             | -                                  | 14,21              | -     |
| Endeolgehalt            | 53                             | 54                | 44                                 | 53                 | 49    |
| 1-10                    | -                              | 1,5               | 2                                  | 2,5                | 3     |
| 2-10                    | 4,5                            | 7,5               | 7                                  | 11,5               | 14    |
| 3-10                    | 15                             | 12,5              | 11,5                               | 19,5               | 23    |
| 4-10                    | 20                             | 22,5              | 20                                 | 31,5               | 38    |
| 5-10                    | 27                             | 28,5              | 29                                 | 42,5               | 50    |
| 6-10                    | 33                             | 38                | 41                                 | 58                 | 66    |
| 7-10                    | 45                             | 45,5              | 53                                 | 70                 | 78    |
| 8-10                    | 60                             | 58,8              | 65                                 | 80                 | 87    |
| 9-10                    | 80                             | 85,5              | 88,8                               | 93,5               | 94    |
| Endpunkt                | 338/97,5                       | 332/98            | 322/97,5                           | 320/97             | 320/9 |
| AP -170°                | 46,8                           | -                 | 33                                 | -                  | -     |
| >170°                   | 52,2                           | -                 | 57,8                               | -                  | 34    |

- 1) 22. Anfall butanfrei
- 2) nicht butanfrei 0-86,17; M= 13,88
- 3) Im 1 Literofen mit Kontakt 7999 nicht fluor-  
behandelt zum Vergleich.



328

Tabelle 3: Große Unterteil

| Produkt                   | P 189 Dieselöl von 8. 1. | P 1203 v/180-            |
|---------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Datum 1941                | 7. 8. 16 <sup>h</sup>    | 8. 8. 15-23 <sup>h</sup> |
| Temperatur °C             | 24                       | 25,5                     |
| Reinheit -170°            |                          | 26,5                     |
| Spez. v. flüss. Anfall    | 20,1                     | 30,8                     |
| Spez. Gewicht bei 20°C    | 0,727                    | 0,728                    |
| Anilinpunkt I °C          | +47,7                    | +48                      |
| II                        | +63,5                    | +64,5                    |
| Unversäuerung (Gew.-%)    |                          |                          |
| Benzol                    | 62,0                     | 65,0                     |
| Naphthalen                | 17,0                     | 14,5                     |
| Aromaten                  | 18,5                     | 19,0                     |
| Unversäuerte              | 2,5                      | 1,5                      |
| Säurezahl (aus Brennsahl) | 4,6                      | 5,6                      |
| S O                       | -                        | -                        |
| S H                       | -                        | -                        |
| Octansahl: Motor-Methode  | 58,1                     | 57,1                     |
| Motor-Methode + 0,12% Pb  | 82                       | 78,5                     |
| Siedebeginn °C            | 40                       | 34                       |
| - 60°C                    | 2,5                      | 6,5                      |
| - 70                      | 7,8                      | 10,5                     |
| - 80                      | 15                       | 17,5                     |
| - 100                     | 32                       | 34,5                     |
| - 120                     | 52                       | 56                       |
| - 150                     | 86                       | 85,5                     |
| - 170                     | 95,5                     | 97                       |
| Endpunkt °C               | 174/96,5                 | 176/98                   |
| Reinheit > 170°           |                          |                          |
| Spez. v. flüssigen Anfall | 79,2                     | 68,5                     |
| Spez. Gewicht bei 20°C    | 0,849                    | 0,848                    |
| Anilinpunkt °C            | +55,5                    | +52,5                    |
| S O                       | -                        | -                        |
| S H                       | -                        | -                        |
| Octansahl                 | 46,5                     | 43                       |
| Siedebeginn °C            | 209                      | 187                      |
| - 200°C                   | -                        | 1,5                      |
| - 225                     | 6                        | 11                       |
| - 250                     | 21,5                     | 33                       |
| - 275                     | 41,5                     | 56                       |
| - 300                     | 70                       | 79                       |
| - 325                     | 91                       | 93                       |
| - 350                     | -                        | -                        |
| Endpunkt °C               | 347/98                   | 342/98,5                 |
|                           |                          | 333/99                   |

1) Im 1-ltr-Ofen 308/I mit Kontakt 7935 Paß 70-110 nicht fluorbehandelt zum V

Größe Entweichungen zu Tabelle 2.

| 1203 v/10-350° v. 5. 8. | 1203 v/10-350° v. 5. 8. | 1203 v/10-350° v. 5. 8. | 1203 v/10-350° v. 5. 8. | Mittel 181 > 170° aus Ba.Frd. von 8. - 10. 8. | Mittel 181 > 170° aus Ba.Frd. von 8. - 10. 8. |
|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| 8. 12-27                | 9/10. 8. 17-20          | 19. 8. 17-20            | 20. 8. 14-21            | 1. 9. 21-4                                    | 3. 9. 17-20                                   |
| 26,5                    | 26,5                    | 25                      | 25                      | 26,5                                          | 26,5 <sup>1)</sup>                            |
| 47,5                    | 48,3                    | 28,4                    | 44,7                    | 24,3                                          | 52,5                                          |
| 0,728                   | 0,724                   | 0,740                   | 0,710                   | 0,722                                         | 0,738                                         |
| +48,5                   | +47,5                   | +45,5                   | +49,5                   | +37,2                                         | +34                                           |
| +65,5                   | +65                     | +59,5                   | +64                     | +66                                           | +67,5                                         |
| 66,5                    | 64,0                    | 53,0                    | 64,5                    | 58,0                                          | 57                                            |
| 12,0                    | 13,0                    | 28,0                    | 16,0                    | 9,0                                           | 4,5                                           |
| 20,0                    | 20,5                    | 17,0                    | 17,0                    | 32,0                                          | 36                                            |
| 1,5                     | 2,5                     | 2,0                     | 2,5                     | 1,0                                           | 1,5                                           |
| 5,8                     | 4,75                    | 4,4                     | 9,0                     | 18,6                                          | 2,5                                           |
| 88,45                   | -                       | 85,00                   | -                       | -                                             | -                                             |
| 11,35                   | -                       | 14,06                   | -                       | -                                             | -                                             |
| 52,5                    | 51                      | 62,5                    | 66,4                    | 75                                            | 69                                            |
| 78,5                    | 83                      | 82                      | 86                      | 89,5                                          | 85,5                                          |
| 37                      | 42                      | 40                      | 32                      | 29                                            | 38                                            |
| 5,5                     | 6                       | 1,7                     | 13                      | 17                                            | 5,5                                           |
| 5,5                     | 11                      | 4,5                     | 21                      | 26                                            | 11,0                                          |
| -                       | 20                      | 9,5                     | 29                      | 32                                            | 18,0                                          |
| -                       | 38                      | 25,5                    | 45,5                    | 48                                            | 32                                            |
| -                       | 55                      | 47,8                    | 59                      | 64                                            | 51                                            |
| -                       | 87                      | 88                      | 88                      | 88                                            | 83                                            |
| 96,5                    | 98                      | 97                      | 93                      | 95,5                                          | 94,5                                          |
| 174/98                  | 172/98,5                | 172/99                  | 173/96,5                | 170                                           | 169/97                                        |
| 51,8                    | 51,0                    | 70,8                    | 54,5                    | 74,7                                          | 44,5                                          |
| 0,888                   | 0,848                   | 0,854                   | 0,820                   | 0,868                                         | 0,896                                         |
| +41                     | +37,5                   | +43,5                   | +61,7                   | +35,5                                         | +4,5                                          |
| 88,45                   | -                       | 87,82                   | -                       | -                                             | -                                             |
| 11,35                   | -                       | 12,20                   | -                       | -                                             | -                                             |
| 38                      | 35                      | 34,5                    | 49,5                    | 36,5                                          | -                                             |
| 187                     | 185                     | 192                     | 181                     | 190                                           | 185                                           |
| 7,5                     | 12,5                    | 3                       | 6                       | 8,5                                           | 12,5                                          |
| 42                      | 49,7                    | 27,5                    | 37                      | 42                                            | 54,8                                          |
| 67                      | 71                      | 47,8                    | 59                      | 67                                            | 77,5                                          |
| 83                      | 85                      | 66,5                    | 76                      | 82                                            | 88,5                                          |
| 94                      | 93                      | 79                      | 90                      | 89                                            | 93                                            |
| 97,5                    | 98                      | 90                      | -                       | 94,5                                          | 95,5                                          |
| -                       | -                       | 95,5                    | -                       | -                                             | 97                                            |
| 333/99                  | 325                     | 356/97,5                | 315/91,5                | 348/98                                        | 361/99                                        |

behandelt zum Vergleich.

**Tabelle**  
**Dehydrierende Spaltung von**

| Produkt                                | P 1338<br>>990° v. 10.8.                   | Dr. D.<br>v. 10.8.    | P 1338 Dr. D. >990°<br>v. 10.8.                    |                   |                   |       |       |          |
|----------------------------------------|--------------------------------------------|-----------------------|----------------------------------------------------|-------------------|-------------------|-------|-------|----------|
| Datum 1942                             | 10.8.<br>22-23                             | 10/11.8.<br>24-25     | 24.8.<br>2-9                                       | 2-15              | 16-23             | 24-28 | 25-28 | 20<br>14 |
| Druck atm                              | 70                                         | 70/10                 | 60                                                 | 60-65             | 65                | 65    | 65    |          |
| U.-Partialdruck                        | 25                                         | ~25                   | -                                                  | ~40               | 48                | -     | -     |          |
| Temperatur 27                          | 25                                         | 25                    | 25                                                 | 25                | 25,5-26           | 26    | 26    |          |
| Durchsatz kg/L. Std.                   | 0,5                                        | -                     | -                                                  | -                 | -                 | -     | -     |          |
| ohne Gas/kg Öl                         | 2                                          | -                     | -                                                  | -                 | -                 | -     | -     |          |
| Kontakperiode (Reagen.)                | 18                                         | -                     | 10                                                 | -                 | -                 | -     | -     |          |
| Reaktionszeiten                        | 3-4                                        | 3-11                  | 3-4                                                | 3-12              | 13-20             | 21-26 | 27-34 |          |
| Spez. Gewicht Anfall                   |                                            |                       |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| Gas, 270°                              | ~26,5                                      | 27,5                  | ~19                                                | 16                | 15                | ~10   | ~16   |          |
| Öl, 270°                               | ~42                                        | 43,5                  | ~41                                                | 38,5              | 35,5              | ~42   | ~34   |          |
| Wasser, 270°                           | ~13,5                                      | 28,5                  | ~30                                                | 33                | 37                | ~30   | ~40   |          |
| Gas 6-10                               | -                                          | 6,5                   | -                                                  | 6                 | 8                 | -     | -     |          |
| Öl 6-10                                | -                                          | 4,0                   | -                                                  | (4,5)             | (4,5)             | -     | -     |          |
| Spez. Gewicht/Minerale                 |                                            |                       |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| Verlust (Gas + Öl) / Heizleistung 325° |                                            | ~1,07<br>37,5<br>14,5 |                                                    | ~37<br>39,5<br>16 | ~36<br>45<br>19,5 |       |       |          |
| Verlust                                |                                            |                       |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| Spez. Gewicht/20°                      | 0,803                                      | 0,804                 | 0,836                                              | 0,870             | 0,898             | 0,900 | 0,901 |          |
| Elektrolyt                             | 48                                         | 48                    | 48                                                 | 48                | 47                | 42    | 42    |          |
| 270°                                   | 24,8                                       | 25,1                  | 24,5                                               | 15,8-160          | 12,6              | 27,5  | 15,5  |          |
| 200°                                   | 24,8                                       | 21,4                  | 23,4                                               | 22,3              | 18                | 24    | 20    |          |
| 150°                                   | 24,8                                       | 29,6                  | 25,6                                               | 22,3              | 20,4              | 25,5  | 44,3  |          |
| 100°                                   | 24,8                                       | 60,9                  | 7,5                                                | 21,2              | 20,2              | 44,3  | 55    |          |
| 270°                                   | 0,730                                      |                       |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| 200°                                   | 0,836                                      | p.gr.v.               | 0,836                                              | 0,836             | 0,836             | 0,836 | 0,836 |          |
| 150°                                   | 0,836                                      |                       | 0,836                                              | 0,836             | 0,836             | 0,836 | 0,836 |          |
| 100°                                   | 0,836                                      |                       | 0,836                                              | 0,836             | 0,836             | 0,836 | 0,836 |          |
| Spez. Gewicht/50°                      | 0,977                                      |                       |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| 60°                                    |                                            | 87,66                 |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| 50°                                    |                                            | 11,71                 |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| Anfall butanfrei                       | -                                          |                       |                                                    |                   |                   |       |       |          |
| Bemerkungen                            | Wegen Druckdif-<br>ferenz abge-<br>stellt. |                       | Nach 13 Stunden wegen<br>Druckdifferenz abgestellt |                   |                   |       |       |          |

330  
Tabelle 5: Grosse Untersuchungen zu Tabelle 4.

| Ausgangsstoff                | P 1338 Druckdestillat > 350° v. 10.8. |             |              |              | P 1203 Vak. Destill. > 350° v. 21.8. |         | P 1338 Druckdest. > 350° v. 26.7. |         | P 1203 Vak. Dest. > 350° v. 21.8. |         |
|------------------------------|---------------------------------------|-------------|--------------|--------------|--------------------------------------|---------|-----------------------------------|---------|-----------------------------------|---------|
|                              | 10.8. 24-54h                          | 14.8. 8-15h | 14.8. 16-23h | 20.8. 17-24h | 22.8. a                              | 22.8. b | 25.8. 1                           | 25.8. 2 | 25.8. 1                           | 25.8. 2 |
| Datum 1941                   | 25                                    | 25          | 25,5-26      | 25           | 29                                   | 25      | 25                                | 25      | 25                                | 25      |
| Temperatur IV                |                                       |             |              |              |                                      |         |                                   |         |                                   |         |
| Benzin -170° (mit NaOH gew.) |                                       |             |              |              |                                      |         |                                   |         |                                   |         |
| Gew.-% vom Fluss-Anfall      | 19,4                                  | 16,9        | 16,1         | 16,6         | 17,6                                 | 27,1    | 18,0                              | 21,9    | 18,0                              | 21,9    |
| Spez. Gew. / 20°C            | 0,725                                 | 0,724       | 0,722        | 0,725        | 0,718                                | 0,721   | 0,722                             | 0,719   | 0,722                             | 0,719   |
| Anilinpunkt I                | +51,2                                 | +52,1       | +53,4        | +52          | +56                                  | +50     | +51                               | +50,8   | +51                               | +50,8   |
| II                           | +53,6                                 | +64,2       | +64,5        | +64,2        | +64,2                                | +64,6   | +64,2                             | +64,3   | +64,2                             | +64,3   |
| Zusammensetzung: Paraffine   | 65,5                                  | 67,5        | 69           | 67           | 65,5                                 | 55      | 65                                | 66      | 65                                | 66      |
| Gew.-%                       | 17                                    | 16          | 15           | 16           | 22                                   | 23      | 15                                | 15      | 15                                | 15      |
| Naftogene                    | 15                                    | 14,5        | 13,5         | 15           | 10,5                                 | 17,5    | 16                                | 14,5    | 16                                | 14,5    |
| Aromaten                     | 2,5                                   | 2           | 2,5          | 2            | 8                                    | 4,5     | 4                                 | 4,5     | 4                                 | 4,5     |
| Ungesättigte                 |                                       |             |              |              |                                      |         |                                   |         |                                   |         |
| -Ortansahl: Resorcin-Methode | 54,7                                  | 52          | 49           | 52,5         | 46,8                                 | 68,5    | 59,5                              | 65,8    | 59,5                              | 65,8    |
| Motorprobe                   | 52                                    | 52          | 49,5         | 52           | 46                                   | 66,5    | 59,8                              | 65,8    | 59,8                              | 65,8    |
| Siedebeginn: °C              | 46                                    | 58          | 55           | 55           | 52                                   | 40      | 47                                | 40      | 47                                | 40      |
| -60°C                        | 3                                     | 3           | 1            | 4            | 2                                    | 7       | 8                                 | 14      | 8                                 | 14      |
| -70°C                        | 8                                     | 3           | 5            | 4            | 7                                    | 15      | 16                                | 22      | 16                                | 22      |
| -80°C                        | 14                                    | 9           | 11,5         | 10           | 14                                   | 20,5    | 36,5                              | 40      | 36,5                              | 40      |
| -100°C                       | 31,5                                  | 28          | 30           | 28,3         | 33                                   | 38,5    | 60                                | 60,5    | 60                                | 60,5    |
| -120°C                       | 51                                    | 51,5        | 53           | 51           | 57                                   | 59      | 89                                | 88,5    | 89                                | 88,5    |
| -150°C                       | 82,5                                  | 85          | 86,5         | 84,5         | 88                                   | 87      | 95                                | 96,7    | 95                                | 96,7    |
| -170°C                       | 94                                    | 95,5        | 97           | 95           | 96,8                                 | 96,5    | 97,5                              | 96,7    | 97,5                              | 96,7    |
| Endpunkt °C/°                | 179/97                                | 175/98,5    |              | 173/96,7     |                                      |         |                                   |         |                                   |         |
| Mittelwert 170-350°C         |                                       |             |              |              |                                      |         |                                   |         |                                   |         |
| Gew.-% vom Fluss-Anfall      | 48,8                                  | 43,6        | 41,1         | 43,7         | 48,3                                 | 43,5    | 44,8                              | 49,2    | 44,8                              | 49,2    |
| Spez. Gewicht / 20°C         | 0,860                                 | 0,859       | 0,858        | 0,859        | 0,832                                | 0,852   | 0,864                             | 0,858   | 0,864                             | 0,858   |
| Anilinpunkt                  | +47                                   | +48         | +49,5        | +47,8        | +60,5                                | +50,5   | +45,3                             | +56,2   | +45,3                             | +56,2   |
| Viskosität bei 20°C          | 41,0                                  | 42,5        | 42,5         | 38,5         | 48,0                                 | 41,0    | 39                                | 46      | 39                                | 46      |
| Viskosität bei 38°C          | 1,29                                  | 1,28        | 1,28         | 1,29         | 1,28                                 | 1,27    | 1,27                              | 1,26    | 1,27                              | 1,26    |
| Stockpunkt                   | -88                                   | -25         | -26          | -29          | -19                                  | -30     | -33                               | -26     | -33                               | -26     |
| Erstungspunkt °C             | -21                                   | -21         | -23          | -23          | -15                                  | -22     | -26                               | -20     | -26                               | -20     |
| Siedebeginn °C               | 191                                   | 193         | 190          | 193          | 191                                  | 190     | 186                               |         | 186                               |         |

|                             |          |       |       |       |       |       |       |
|-----------------------------|----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Metanzahl                   | 42,5     | 42,5  | 32,5  | 38,5  | 48,0  | 45,3  | +56,2 |
| Viskosität bei 20°C         | 1,29     | 1,28  | 1,28  | 1,21  | 1,26  | 39    | 46    |
| " " 30°C                    | 1,22     | 1,22  | 1,22  | 1,21  | 1,21  | 1,27  | 1,26  |
| Stockpunkt                  | -25      | -26   | -26   | -29   | -19   | -33   | -26   |
| Erdbungs punkt °C           | -21      | -23   | -23   | -23   | -15   | -26   | -20   |
| Siedebeginn °C              | 193      | 190   | 190   | 193   | 191   | 186   | -     |
| " " 250°C                   | 37,5     | 36,6  | 36,6  | 38,7  | 38,6  | 40,1  | 43,9  |
| " " 325°C                   | 89,3     | 89,6  | 89,6  | 89,2  | 88,7  | 89,9  | 90,2  |
| " " 350°C                   | 97,5     | 97,8  | 97,8  | 97,2  | 97    | 96,9  | 97,3  |
| Rückstand > 350°C           |          |       |       |       |       |       |       |
| Gew. % vom flüssigen Anfall | 31,8     | 42,6  | 42,6  | 39,5  | 33,9  | 36,9  | 28,5  |
| Spez. Gewicht / 50°C        | 0,972    | 0,944 | 0,944 | 0,958 | 0,896 | 0,942 | 0,896 |
| Viskosität bei 50°C         | 4,22     | 3,01  | 3,01  | 2,53  | 2,01  | 2,60  | 2,11  |
| " " 80°C                    | 1,70     | 1,81  | 1,81  | 1,41  | 1,36  | 1,42  | 1,33  |
| Stockpunkt                  | +14      | +16   | +16   | +16   | +25   | +13   | +22   |
| Kokstest                    | ?        | 0,61  | 0,61  | 0,32  | 0,17  | 0,5   | 0,38  |
| Fräsephakt °C               | 193      | 193   | 193   | 193   | 193   | 193   | 193   |
| Vakuumkurve °C              | 19mm     | 16mm  | 16mm  | 18mm  | 21mm  | 18mm  | 19mm  |
| Beginn                      | 224      | 203   | 203   | 203   | 206   | 206   | 205   |
| " " 225°C                   | -        | 13,6  | 13,6  | 13    | 5,0   | 13,8  | 13    |
| " " 275°C                   | -        | 62,6  | 62,6  | 67    | 67,4  | 68,3  | 67,8  |
| " " 325°C                   | -        | 92,2  | 92,2  | 93,6  | 94,4  | 92,8  | 94,4  |
| Spez. Gewicht               | -225/200 | 0,935 | 0,935 | 0,932 | 0,892 | 0,934 | 0,898 |
| " " -275/400                | -        | 0,932 | 0,932 | 0,931 | 0,892 | 0,935 | 0,894 |
| " " -325/600                | -        | 0,950 | 0,950 | 0,950 | 0,905 | 0,952 | 0,900 |
| > 325/900                   | -        | 1,040 | 1,040 | 1,054 | 1,010 | 1,050 | 0,988 |



Tabelle 6: Chemischer Wasserstoff

| Mittelölversuche                              |  |                               |                                      |                   |          |
|-----------------------------------------------|--|-------------------------------|--------------------------------------|-------------------|----------|
| Datum 1941                                    |  | 7.8.<br>20-3 h                | 8.8.<br>15-23h                       | 9/10.8.<br>17-8 h | 3.<br>15 |
| Wasserstoffpartialdruck atm<br>Temperatur °V  |  | 52<br>25,5                    | 41<br>26,5                           | 43<br>26,5        |          |
| Ausgangsöl                                    |  | P 189<br>Dieselöl<br>v.8.1.41 | P 1203 von 180-330 °<br>vom 5.8.1941 |                   |          |
| % O                                           |  | (86,9)                        | 85,84                                | -                 |          |
| % H                                           |  | (13,1)                        | 13,92                                | -                 |          |
| g H disp/ 100 g O                             |  | (15,1)                        | 16,17                                | -                 |          |
| =====                                         |  |                               |                                      |                   |          |
| Gew.% von Gesamtanfall:                       |  |                               |                                      |                   |          |
| Gas                                           |  | 6,0                           | 8,9                                  | 11,3              |          |
| flüssiger Anfall                              |  | 93,9                          | 91,0                                 | 88,3              |          |
| Koks                                          |  | 0,13                          | 0,12                                 | 0,38              |          |
| Gas mittleres O                               |  | 2,7                           | 2,5                                  | 2,5               |          |
| flüssiger Anfall: % O                         |  | 86,76                         | 85,96                                | 86,731)           |          |
| % H                                           |  | 13,05                         | 14,21                                | 12,991)           |          |
| =====                                         |  |                               |                                      |                   |          |
| Gew.% von Gesamtanfall:                       |  |                               |                                      |                   |          |
| O im Gas (+gel.Gas)                           |  | 4,88                          | 7,23                                 | 9,15              |          |
| O im flüss.Anfall (butanfrei)                 |  | 81,3                          | 78,1                                 | 76,6              |          |
| O im Koks                                     |  | 0,12                          | 0,11                                 | 0,35              |          |
| Gesamt - O                                    |  | 86,3                          | 85,44                                | 86,1              |          |
| Gesamt - H                                    |  | 13,7                          | 14,56                                | 13,9              |          |
| =====                                         |  |                               |                                      |                   |          |
| Gesamt - H auf 100 O                          |  | 15,9                          | 17,05                                | 16,15             |          |
| g H-Verbrauch für 100 g O                     |  | (0,8)                         | 0,88                                 | 0                 |          |
| H <sub>2</sub> -Verbrauch Ltr/kg Einspritzung |  | (85)                          | 90                                   | 0                 |          |
| =====                                         |  |                               |                                      |                   |          |

- 1) flüssiger Anfall butanfrei.  
Zahlen in Klammern geschätzt.

Schwerölverbrauch.

## Schwerölversuche

| /10.8.<br>17-8 h         | 30.8.<br>15-22h                                  | 19.8.<br>13-20h                                       | 1.9.<br>21-4 h                             | 10.8.<br>24-5,40h                          | 28.8.<br>9-16h                            | 22.8. b<br>22-5 h                         | 25.8.<br>22-5 h         | 31.8.<br>15-22 h        |
|--------------------------|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------------------|-------------------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 43<br>26,5               | 25<br>25                                         | 25<br>25                                              | 43<br>26,5                                 | ca. 25<br>25                               | 35<br>25                                  | 50<br>25                                  | 48<br>25                | 51<br>25                |
| von 180-350 °<br>.8.1941 | P 1338<br>Druckdest.<br>v. 180-350<br>v. 10.8.41 | Mittelhl<br>170-350<br>aus Sa-<br>Prod. v.<br>8-10.8. | P 1338<br>Druckdest.<br>> 350 von<br>10.8. | P 1338<br>Druckdest.<br>> 350 von<br>10.8. | P 1203<br>Vak. Dest.<br>> 350<br>v. 21.8. | P 1203 Vak. Dest.<br>> 350<br>von 21.8.41 |                         |                         |
| -                        | -                                                | 85,77<br>12,24<br>14,02                               | 87,65<br>12,29<br>14,02                    | (85,6)<br>(11,3)<br>(12,8)                 | 85,41<br>10,82<br>12,19                   | 86,44<br>12,60<br>14,47                   | -                       | -                       |
| 11,3<br>88,5<br>0,38     | 9,2<br>89,3<br>1,5                               | 4,2<br>95,0<br>0,75                                   | 7,6<br>90,7<br>1,7                         | 7,0<br>88,8<br>4,2                         | 6,8<br>89,5<br>3,7                        | 5,8<br>92,8<br>1,4                        | 7,9<br>88,9<br>3,2      | 4,0<br>94,1<br>1,9      |
| 2,5<br>86,731<br>12,991  | 3,3<br>86,17<br>13,88                            | 2,5<br>87,3<br>12,7                                   | 2,9<br>88,041<br>11,711                    | 2,1<br>87,661<br>11,711                    | 2,2<br>87,581<br>11,771                   | 2,4<br>87,001<br>12,541                   | 2,7<br>87,501<br>12,651 | 2,7<br>87,351<br>12,691 |
| 15<br>8<br>35            | 7,58<br>76,65<br>1,38                            | 3,41<br>82,8<br>0,69                                  | 6,22<br>79,8<br>1,56                       | 5,6<br>77,8<br>3,9                         | 5,5<br>78,45<br>3,4                       | 4,7<br>80,7<br>1,3                        | 6,43<br>77,77<br>2,95   | 3,26<br>82,23<br>1,75   |
| 88,1                     | 85,61                                            | 86,9                                                  | 87,58                                      | 87,3                                       | 87,35                                     | 86,7                                      | 87,15                   | 87,24                   |
| 13,9                     | 14,39                                            | 13,1                                                  | 12,42                                      | 12,7                                       | 12,65                                     | 13,3                                      | 12,85                   | 12,76                   |
| 16,15<br>0<br>0          | 16,8<br>0,63<br>65                               | 15,1<br>1,08<br>115                                   | 14,2<br>0,18<br>20                         | 14,55<br>1,75<br>(1 85)                    | 14,50<br>2,31<br>240                      | 15,35<br>0,88<br>95                       | 14,75<br>0,28<br>30     | 14,65<br>0,18<br>20     |

Tabelle 7: Dehydrierung von Anfall

|                                                                                                                    |                                                                                                |                              |                             |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| Kontakt / Ofen<br>Datum 1941                                                                                       | 7 9 3 5 Paß 70 - 110 (Schüttg.<br>3.9. 16-23h)                                                 |                              |                             |
| Temperatur mV<br>H <sub>2</sub> -Druck atm<br>Durchsatz kg/ltr/Std.<br>Zyklusdauer/Std.<br>Zahl der Regenerationen |                                                                                                |                              | 26,5<br>25<br>0,5<br>8<br>8 |
| Ausbeute Gewichts-%<br>Produkt C <sub>4</sub> -frei<br>Gas C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub><br>Koks                 | Ausgangsmaterial Bensen<br>aus Anfallprod. Ofen 601<br>v. 8.-10.8. aus P 1203<br>von 180 - 330 |                              | 76,8<br>22,8<br>(0,4)       |
| % Gesamtanfall/Einspritzung                                                                                        |                                                                                                |                              | 0,95                        |
| Anfall/bzw. Einspritzung                                                                                           | -85°<br>(~18%) <sup>2)</sup>                                                                   | >85°<br>(~30%) <sup>2)</sup> |                             |
| Spez. Gewicht bei 20°                                                                                              | 0,670                                                                                          | 0,751                        | 0,763                       |
| Anilinpunkt I °C                                                                                                   | +57                                                                                            | +45                          | +9                          |
| " II °C                                                                                                            | +60                                                                                            | +66,5                        | +67                         |
| % Aromaten                                                                                                         | 4                                                                                              | 24,5                         | 56                          |
| AP - 100°                                                                                                          |                                                                                                |                              | +40                         |
| > 100°                                                                                                             |                                                                                                |                              | -3,5 ber.                   |
| Ungesättigte<br>Jodzahl                                                                                            | 1,25                                                                                           | 2,0                          | -                           |
| Siedebeginn °C                                                                                                     | 42                                                                                             | 94                           | 2,8                         |
| % - 50°                                                                                                            | 2                                                                                              | -                            | 40                          |
| 55                                                                                                                 | 24,5                                                                                           | -                            | 1,5                         |
| 60                                                                                                                 | 55,5                                                                                           | -                            | 3,5                         |
| 70                                                                                                                 | 88                                                                                             | -                            | 5,5                         |
| 80                                                                                                                 | 92                                                                                             | -                            | 10                          |
| 90                                                                                                                 | 97,5                                                                                           | -                            | 16                          |
| 100                                                                                                                |                                                                                                | 1                            | 22                          |
| 110                                                                                                                |                                                                                                | 10                           | 33                          |
| 120                                                                                                                |                                                                                                | 28                           | 40,5                        |
| 150                                                                                                                |                                                                                                | 74                           | 54                          |
| 170                                                                                                                |                                                                                                | 94                           | 81,5                        |
| 180                                                                                                                |                                                                                                | 98,5                         | 90,5                        |
| Endpunkt / %                                                                                                       | 100/98,5                                                                                       | 180                          | 200/95                      |

- 1) aus Versuchen bei 26 und 27 mV  
2) Gewichts-% vom Dehydrierabstreifer.

von Anfallbensen der Mittelsöl-Dehydrierung.

332

|                                                              |                                                                                             |                                                                      |                                                                              |                                                                  |                                                                            |
|--------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|
| (Schüttgewicht D,62%) / Ofen 308 / I<br>16-23h 4.9. 14-1930h |                                                                                             |                                                                      |                                                                              |                                                                  |                                                                            |
| 26,5<br>25<br>0,5<br>8<br>8                                  |                                                                                             |                                                                      | 26,5<br>25<br>0,5<br>6,2<br>9                                                | zum<br>Vergleich                                                 | 26,5 <sup>1)</sup><br>20<br>0,5<br>8<br>-                                  |
| 76,8<br>22,8<br>(0,4)                                        | Ausgangsmaterial Bensen<br>aus Anfallprod. Ofen 601<br>v. 30.8. aus P 1203 von<br>180 - 330 |                                                                      | 74,7<br>24,9<br>(0,4)                                                        | P 1472 >90°<br>v. 16.8.41                                        | 81,2<br>18,4<br>(0,4)                                                      |
| 0,95                                                         |                                                                                             |                                                                      | 0,82                                                                         |                                                                  | -                                                                          |
| 0,763<br>+9<br>+67<br>56<br>+40<br>-3,5 ber.                 | -85°<br>(~19%) <sup>2)</sup><br>(0,650)<br>(58)<br>(63)<br>(6)                              | -85°<br>(26%) <sup>2)</sup><br>0,748<br>+43,5<br>+64,5<br>24         | +5,5<br>0,777<br>ber.<br>+66,2<br>62<br>+37,5<br>ber.<br>-12                 | >90°<br>0,750<br>+47,5<br>+59,3<br>14,5                          | 0,779<br>+0<br>+66<br>61<br>+36,5<br>-10                                   |
| 2,8<br>40<br>1,5<br>3,5<br>5,5                               | (60)<br>(90)<br>(95)                                                                        | 7,1<br>82<br>-<br>-<br>-<br>1<br>7,5<br>20<br>35<br>76,5<br>92<br>95 | 6,1<br>40<br>-<br>-<br>-<br>13<br>20<br>30<br>38<br>50<br>81,5<br>90,5<br>92 | 3,5<br>-<br>33<br>-<br>-<br>-<br>-<br>6<br>30<br>35,5<br>9<br>98 | 36<br>2<br>3,5<br>5<br>9<br>15<br>21<br>31<br>42<br>58<br>80<br>93<br>95,5 |
| 200/95                                                       |                                                                                             | 195/98,5                                                             | 215/96,5                                                                     | 191/99                                                           | 186/97                                                                     |

Tabelle 8: Benziniierung von Anfallmittelflack.

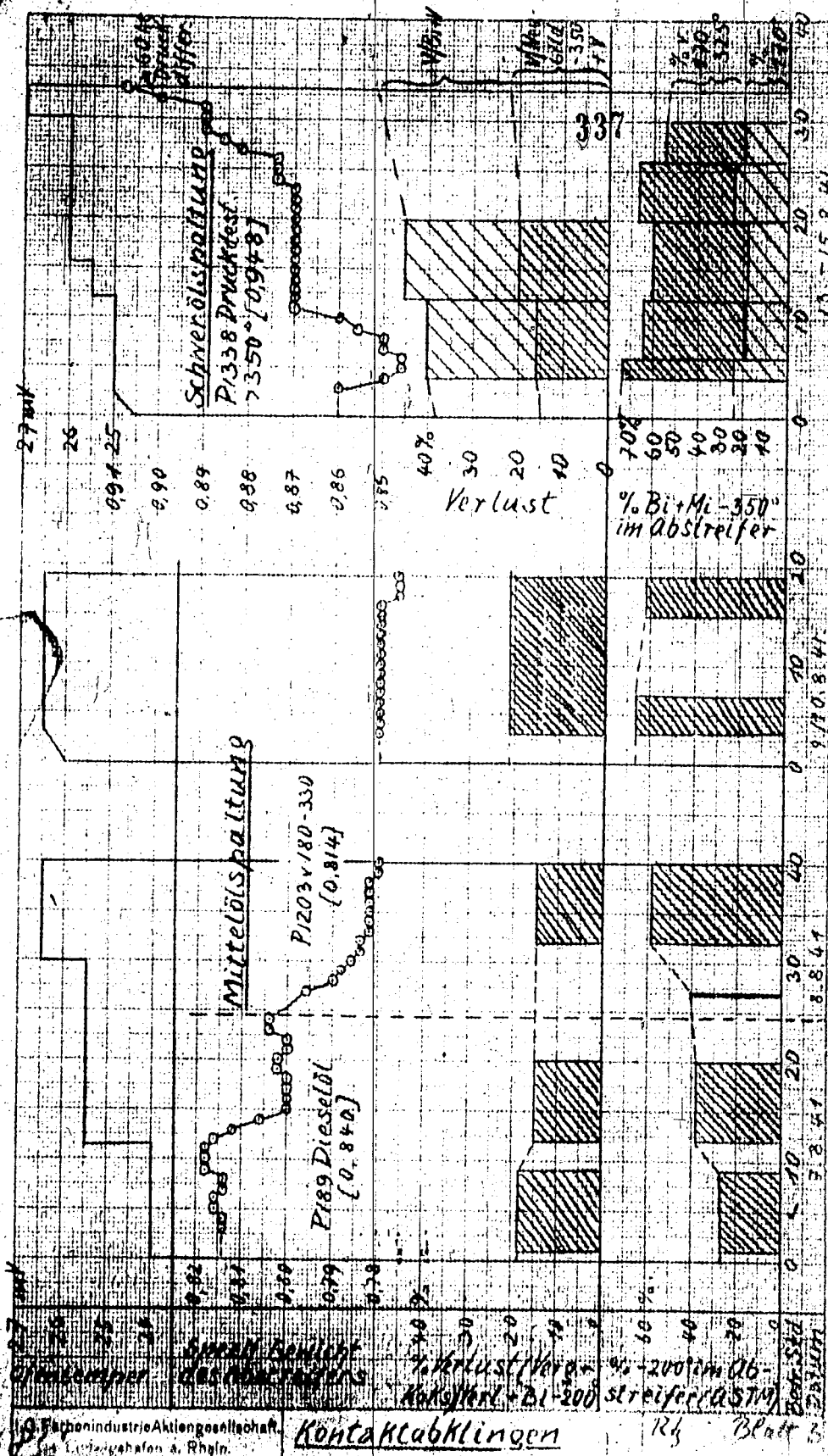
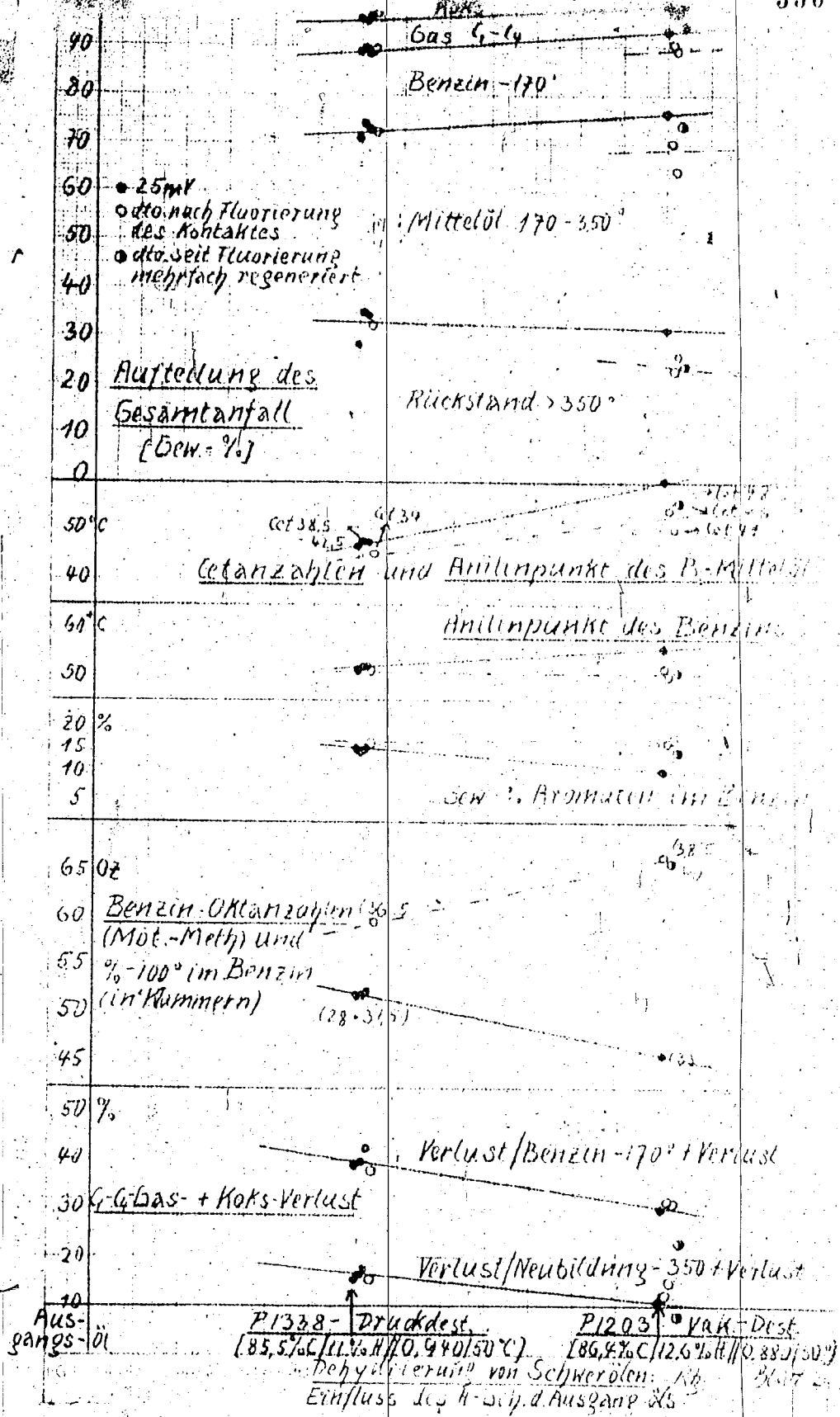
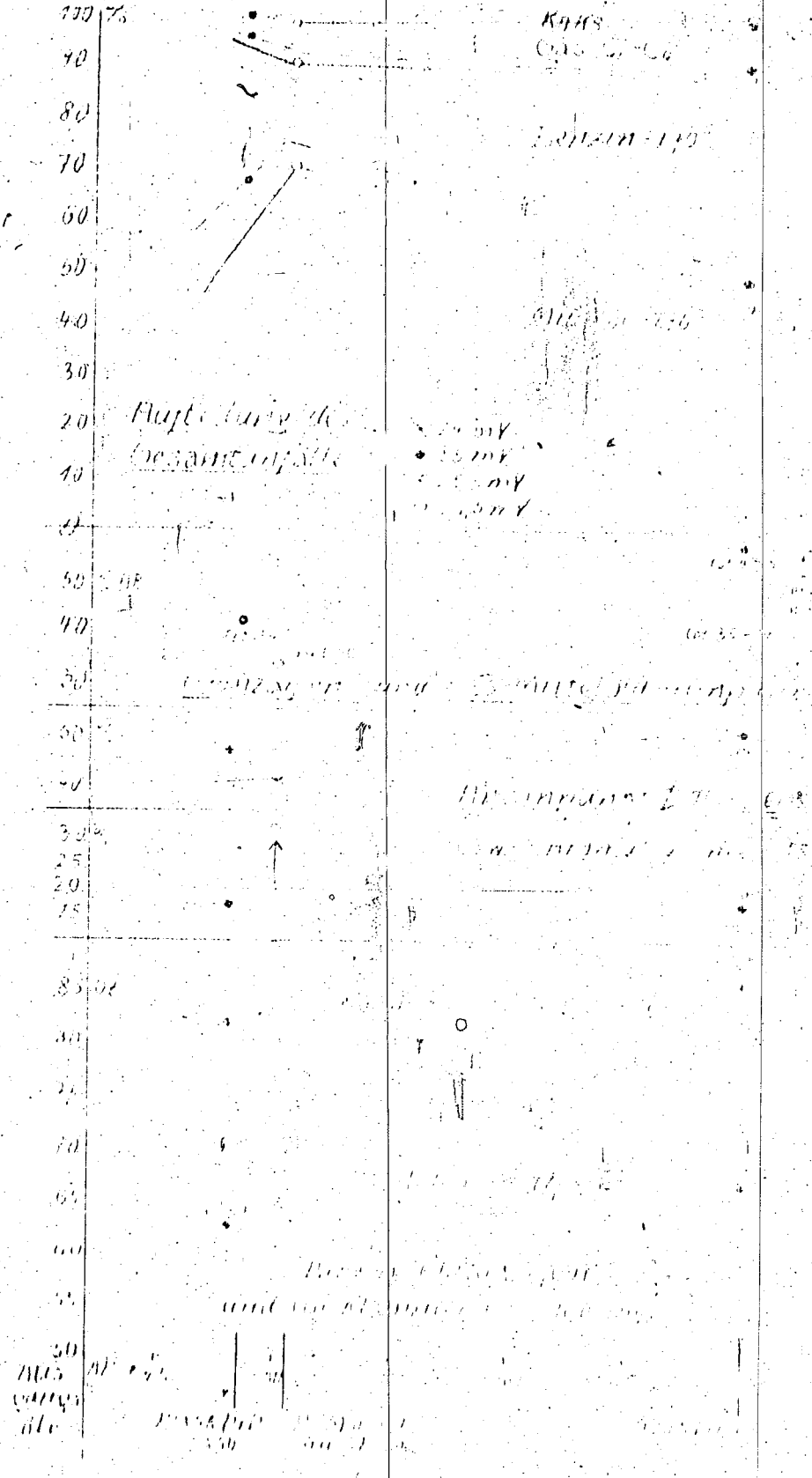
| Anfangsgut                     | B-Mittelöl > 170°C<br>v. Ofen 601 von<br>19.8. aus P 1538-<br>A-Mittelöl | B-Mittelöl von<br>170-325 von Of.<br>601 v. 16.-22.8.<br>aus P 1203-Vak. Dest<br>> 350 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -gewaschen. |
|--------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Spez. Gewicht/20°C             | 0,850                                                                    | 0,804                                                                                                                             |
| Anilinpunkt °C                 | +44                                                                      | +47                                                                                                                               |
| ASTM Siedebeginn °C            | 184                                                                      | 163                                                                                                                               |
| -170°C                         | -                                                                        | 7                                                                                                                                 |
| -180°C                         | -                                                                        | 46                                                                                                                                |
| -200°C                         | 7                                                                        | 80                                                                                                                                |
| -225°C                         | 35                                                                       | 99                                                                                                                                |
| -250°C                         | 55                                                                       | -                                                                                                                                 |
| -275°C                         | 78                                                                       | -                                                                                                                                 |
| -300°C                         | 90                                                                       | -                                                                                                                                 |
| Endpunkt °C                    | 118/98,5                                                                 | 225                                                                                                                               |
| % Phosole                      |                                                                          | < 0,02                                                                                                                            |
| % Stickstoff (Methode Lu)      | 0,025                                                                    | 0,011                                                                                                                             |
| Benziniert:                    |                                                                          |                                                                                                                                   |
| Ofen (Mittl)                   | 6 (394 b)                                                                | 6 (4344)                                                                                                                          |
| Druck Atm                      | 250                                                                      | 200                                                                                                                               |
| Temperatur HV                  | 20                                                                       | 19,5                                                                                                                              |
| Durchsatz kg/Ltr/Std           | 1,5                                                                      | 2,0                                                                                                                               |
| Gas (ohn/kg Öl)                | 2,7                                                                      | 2,5                                                                                                                               |
| Frischöl %                     | 100                                                                      | 100                                                                                                                               |
| % OS <sub>2</sub>              | 0,75                                                                     | 0,75                                                                                                                              |
| Benzinkonzentration %          | 49                                                                       | 46                                                                                                                                |
| Benzinleistung                 | 0,67                                                                     | 0,83                                                                                                                              |
| Vergasung/ Benzin+Vergasung %  | 16,5                                                                     | 17,6                                                                                                                              |
| Benzin kerosinfrei             |                                                                          |                                                                                                                                   |
| Spez. Gewicht bei 20°C         | 0,724                                                                    | 0,713                                                                                                                             |
| Anilinpunkt I/II               | +48/59                                                                   | +52/60                                                                                                                            |
| ASTM Siedebeginn °C            | 32                                                                       | 45                                                                                                                                |
| -70°C                          | 15                                                                       | 24                                                                                                                                |
| -100°C                         | 60                                                                       | 60                                                                                                                                |
| -140°C                         | 96                                                                       | 93-150                                                                                                                            |
| Endpunkt °C                    | 147/98                                                                   | 159/98                                                                                                                            |
| Zusammensetzung: Gew. %        |                                                                          |                                                                                                                                   |
| Paraffine                      | 55                                                                       | 60                                                                                                                                |
| Naphthene                      | 31                                                                       | 29                                                                                                                                |
| Aromaten                       | 13                                                                       | 10                                                                                                                                |
| Ungesättigte                   | 1                                                                        | 1                                                                                                                                 |
| Jodzahl                        | 0,6                                                                      | 0,8                                                                                                                               |
| Oktanzahl: Motormethode        | 72,5                                                                     | 71                                                                                                                                |
| " + 0,12% Pb                   | -                                                                        | 90,5                                                                                                                              |
| C-Mittelöl: Spez. Gewicht/20°C | 0,806                                                                    | 0,790                                                                                                                             |
| Anilinpunkt °C                 | +48                                                                      | +54                                                                                                                               |
| Beginn °C                      | 164                                                                      | 160                                                                                                                               |
| -200°C                         | 61                                                                       | 90                                                                                                                                |
| Endpunkt °C                    | 263/98                                                                   | 225/99                                                                                                                            |

Tabelle 9: Katalytisches Kacken

| Mittelöl 170-325° aus Anfallprod. Ofeg 601 von 22. B. 41 aus P 203<br>(Bruchsealer) Vak.-Dest. > 350° |             |             |             |             |             |             |                |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|----------------|
| Katalysator                                                                                           | K 6 7 5 2   |             |             |             | K 6 7 5 2   |             | Ein-<br>spritz |
| Temperatur °C                                                                                         | 415         |             |             |             | 450         |             | 415            |
| Durchsatz V/V/h                                                                                       | 0,6         |             |             |             | 0,6         |             | 0,46           |
| Dauer Min.                                                                                            | 15          |             |             |             | 15          |             | 15             |
| Spez. Gewicht Anfall                                                                                  | 0,816       | 0,824       | 0,820       | 0,822       | 0,826       | 0,818       | 0,760          |
| % Bi -165° bes. a.                                                                                    | 22,1        | 19,9        | 20,8        | 23,6        | 21,0        | 21,9        | 40,0           |
| % Bi >165° Anfall                                                                                     | 51,0        | 56,7        | 56,1        | 51,7        | 48,3        | 50,0        | 44,2           |
| % C <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (ges.)                                                                | 9,8         | 7,7         | 6,8         | 8,2         | 12,2        | 9,6         | 11,1           |
| % Gas                                                                                                 | 1,1         | 1,1         | 0,9         | 1,0         | 1,7         | 2,4         | 1,1            |
| % Koks                                                                                                | 16,0        | 14,6        | 15,4        | 15,6        | 16,8        | 16,1        | 2,9            |
| Bi-Konzentr. %                                                                                        | 30,3        | 25,8        | 26,8        | 29,4        | 30,1        | 30,5        | 0,13           |
| Bi-Leistg. (-165°)                                                                                    | 0,10        | 0,09        | 0,09        | 0,11        | 0,10        | 0,10        | 0,13           |
| K-g/Bi-K. %                                                                                           | 43,6        | 44,1        | 44,0        | 41,3        | 46,9        | 45,9        | -              |
| K-C <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -g/Bi-K-C <sub>3</sub> O <sub>4</sub>                                 | 55,0        | 54,0        | 52,9        | 51,2        | 59,7        | 56,2        | 28,4           |
| <b>Benzin -165°</b>                                                                                   |             |             |             |             |             |             |                |
| Spez. Gewicht                                                                                         | 0,722       | 0,722       | 0,718       | 0,722       | 0,732       | 0,714       | 0,694          |
| A.P. I °C                                                                                             | 35,2        | 35          | 37,5        | 32,5        | 24,5        | 32,5        | 47,5           |
| " II °C                                                                                               | 62,5        | 63,5        | 62          | 65          | 64          | 53          | 64,5           |
| % Aromaten                                                                                            | 30,0        | 31,0        | 27,0        | 35,0        | 41,0        | 33          | 32,5           |
| Beginn °C                                                                                             | 30          | 30          | 30          | 35          | 28          | 26          | 27,5           |
| % - 70°C                                                                                              | 33          | 32,5        | 31          | 29          | 33          | 40          | 41,5           |
| % - 100°C                                                                                             | 56          | 57,5        | 56,5        | 52,5        | 55          | 60          | 60,2           |
| % - 120°C                                                                                             | 70          | 70          | 72          | 68,5        | 68,5        | 72,5        | -              |
| % - 150°C                                                                                             | 94          | 95,5        | 94,5        | 90          | 93,5        | 95,0        | 93,2           |
| Endpunkt °C                                                                                           | 168         | 165         | 166         | 171         | 167         | 168         | 161,2          |
| Jodzahl                                                                                               | 23,9        | 9,0         | 22,6        | 32,0        | 27,6        | 34,1        | 16,4           |
| O.Z. Motor                                                                                            | 79,0        | 79,0        | 79,0        | 79          | -           | 81,2        | 78,5           |
| M.M. +0,12 Pb                                                                                         | 93,5        | 93,5        | 92,7        | 92,7        | -           | 95,6        | -              |
| <b>Mittelöl &gt; 165°</b>                                                                             |             |             |             |             |             |             |                |
| Spez. Gewicht                                                                                         | 0,868       | 0,868       | 0,866       | 0,870       | 0,876       | 0,847       | 0,816          |
| A.P. °C                                                                                               | 40,5        | 41,8        | 41,5        | 40          | 33,5        | 52,5        | 56             |
| Beginn °C                                                                                             | 203         | 203         | 198         | 198         | 202         | 205         | 184            |
| % - 225°                                                                                              | 18,0        | 17,0        | 19,0        | 17,5        | 17,0        | 3,5         | 48,0           |
| % - 250°                                                                                              | 46,0        | 48,0        | 48,0        | 46,8        | 47,5        | 30,0        | 69,0           |
| % - 275°                                                                                              | 72,5        | 73,0        | 73,0        | 73,0        | 72,5        | 61,0        | 84,5           |
| % - 300°                                                                                              | 88,5        | 89,5        | 88,5        | 88,5        | 87,5        | 84,0        | 93,5           |
| % - 325°                                                                                              | 94,5        | 95,5        | 95,0        | 94,0        | 93,8        | -           | 96,8           |
| % - 350°                                                                                              | 97,0        | 97,5        | 97,8        | 97,0        | 96,5        | -           | -              |
| Endpunkt °C                                                                                           | 360         | 360         | 358         | 360         | 360         | 320         | 346            |
| Versuchsnummer                                                                                        | 2584        | 2585        | 2587        | 2589        | 2592        | 2595        | Ofen<br>701    |
|                                                                                                       | 86          | 86          | 88          | 91          | 94          | 98          | von<br>1.-12.  |
|                                                                                                       | 3775/<br>77 | 3778/<br>80 | 3781/<br>82 | 3783/<br>85 | 3786/<br>87 | 3788/<br>91 |                |

des Krocken der Anfallmittelöle.

| P 1203 Bruch-<br>saler Gasöl |                                        | Mittelöl 170-325° aus Anfallprod. Ofen 601 vom 10.-15.<br>Aug. 41 aus P 1338 Druck-Dest. >350 |       |       |       |                  |       |                  |       | P 1338 Redt-<br>brook-Gasöl     |                                        |
|------------------------------|----------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|------------------|-------|------------------|-------|---------------------------------|----------------------------------------|
| Pro-<br>dukt                 | K 6752 Ein-<br>spritz-<br>pro-<br>dukt | 81-Öl "A" 10% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                                  |       |       |       | K 6752           |       | K 6752           |       | Ein-<br>spritz-<br>pro-<br>dukt | K 6752 Ein-<br>spritz-<br>pro-<br>dukt |
|                              |                                        | 420°<br>0,6<br>15                                                                             |       |       |       | 450<br>0,6<br>15 |       | 450<br>0,6<br>15 |       |                                 |                                        |
| 0,760                        |                                        | 0,826                                                                                         | 0,826 | 0,836 | 0,820 | 0,820            | 0,824 | 0,818            |       |                                 |                                        |
| 40,0                         |                                        | 25,6                                                                                          | 24,8  | 22,9  | 27,4  | 25,1             | 24,7  | 24,9             |       |                                 | 34,7                                   |
| 44,2                         |                                        | 52,3                                                                                          | 54,0  | 53,3  | 51,1  | 50,7             | 46,3  | 48,8             |       |                                 | 50,1                                   |
| 11,9                         |                                        | 5,8                                                                                           | 4,8   | 5,8   | 4,9   | 6,1              | 6,9   | 4,8              |       |                                 | 9,7                                    |
|                              |                                        | 1,2                                                                                           | 1,2   | 2,4   | 0,8   | 0,6              | 1,6   | 1,1              |       |                                 | 1,4                                    |
| 3,9                          |                                        | 15,1                                                                                          | 15,2  | 15,5  | 15,8  | 17,6             | 20,5  | 20,4             |       |                                 | 3,9                                    |
| 0,13                         |                                        | 32,7                                                                                          | 31,3  | 29,9  | 34,5  | 33,0             | 34,5  | 33,6             |       |                                 | 40,6                                   |
| -                            |                                        | 0,12                                                                                          | 0,12  | 0,11  | 0,13  | 0,18             | 0,11  | 0,12             |       |                                 | 0,12                                   |
| 28,4                         |                                        | 39,0                                                                                          | 39,8  | 46,4  | 37,7  | 42,1             | 47,3  | 46,4             |       |                                 | 13,2                                   |
|                              |                                        | 46,4                                                                                          | 46,2  | 52,0  | 44,0  | 49,3             | 54,0  | 51,2             |       |                                 | 30,1                                   |
| 0,694                        |                                        | 0,724                                                                                         | 0,728 | 0,732 | 0,728 | 0,732            | 0,730 | 0,735            |       |                                 | (0,7-frei)                             |
| 47,8                         |                                        | 37,5                                                                                          | 39,5  | 35,5  | 39,5  | 39,5             | 35    | 34               |       |                                 | 0,726                                  |
| 64,5                         |                                        | 64,5                                                                                          | 64,8  | 64,5  | 64,5  | 64,8             | 65,5  | 64               |       |                                 | 39,5                                   |
| 19,5                         |                                        | 31,5                                                                                          | 28,0  | 32,0  | 27,5  | 28,0             | 33,0  | 32,5             |       |                                 | 64,0                                   |
| 27                           |                                        | 29                                                                                            | 31    | 29    | 33    | 34               | 33    | 31               |       |                                 | 27,2                                   |
| 41,5                         |                                        | 26,0                                                                                          | 22,0  | 22,5  | 20,5  | 18,0             | 23,0  | 22,0             |       |                                 | 44                                     |
| 60,2                         |                                        | 48,0                                                                                          | 41,5  | 41,5  | 41,5  | 40,0             | 42,5  | 40,5             |       |                                 | 24,5                                   |
| -                            |                                        | 61,5                                                                                          | 55,0  | 54,0  | 57,5  | 56,0             | 56,0  | 55,0             |       |                                 | 54,0                                   |
| 92,2                         |                                        | 91,0                                                                                          | 88,5  | 86,0  | 88,5  | 87,0             | 89,0  | 85,5             |       |                                 | 69,5                                   |
| 167                          |                                        | 168                                                                                           | 168   | 169   | 168   | 168              | 167   | 170              |       |                                 | 91,5                                   |
| 16,4                         |                                        | 17,7                                                                                          | 19,7  | 20,0  | 8,5   | 7,8              | 15,6  | 32,9             |       |                                 | 168                                    |
| 78,5                         |                                        | 74,1                                                                                          | 74,1  | 74,1  | 72,3  | 72,5             | -     | 72,5             |       |                                 | 10,6                                   |
| -                            |                                        | 87,4                                                                                          | 87,4  | 87,4  | 87,5  | -                | -     | -                |       |                                 | 78                                     |
| 0,818                        | 0,812                                  | 0,880                                                                                         | 0,884 | 0,890 | 0,880 | 0,876            | 0,886 | 0,873            | 0,830 |                                 | 0,856                                  |
| 56                           | 71,8                                   | 28,5                                                                                          | 33,5  | 30    | 27,5  | 32,5             | 26,5  | 32,5             | 44    |                                 | 55                                     |
| 184                          | 188                                    | 177                                                                                           | 193   | 192   | 189   | 189              | 185   |                  | 170   |                                 | 205                                    |
| 48,0                         | 22,5                                   | 29,5                                                                                          | 22,0  | 19,0  | 23,0  | 27,0             | 26,0  |                  | 49,5  |                                 | 8,5                                    |
| 69,0                         | 43,0                                   | 43,5                                                                                          | 37,5  | 36,0  | 43,0  | 46,0             | 44,0  |                  | 72,0  |                                 | 23,5                                   |
| 84,5                         | 63,0                                   | 66,5                                                                                          | 62,0  | 60,5  | 65,0  | 69,0             | 65,0  |                  | 90,0  |                                 | 45,0                                   |
| 93,5                         | 84,0                                   | 84,0                                                                                          | 83,5  | 81,0  | 83,0  | 87,0             | 84,0  |                  |       |                                 | 71,0                                   |
| 96,8                         | 96,0                                   | 93,0                                                                                          | 94,0  | 93,0  | 93,0  | 94,5             | 93,5  |                  |       |                                 | 95,0                                   |
|                              |                                        | 96,0                                                                                          | 97,2  | 97,0  | 96,8  | 97,0             | 97,0  |                  |       |                                 |                                        |
| 346                          | 330                                    | 360                                                                                           | 360   | 360   | 350   | 357              | 360   |                  | 295   |                                 | 336                                    |
| Ofen                         |                                        | 2578/                                                                                         | 2580/ | 2582/ | 4446  | 4449             | 4452  | 4454             |       |                                 | 4403                                   |
| 701                          |                                        | 79                                                                                            | 81    | 83    | -     | -                | 4453  | 4455             |       |                                 | -                                      |
| Vom                          |                                        | 3669/                                                                                         | 3771  | 3772/ | -     | -                |       |                  |       |                                 |                                        |
| 1.-13.                       |                                        | 70                                                                                            | 74    | 74    | -     | -                |       |                  |       |                                 |                                        |
|                              |                                        | 4438/                                                                                         | 4440/ | 4442  | 4448  | 4451             |       |                  |       |                                 | 4429                                   |
|                              |                                        | 39                                                                                            | 41    |       |       |                  |       |                  |       |                                 |                                        |





TITLE PAGE

2. Der Einfluss des Hydrierungsgrades (A.P. des B-Mittelöls)  
auf die Ergebnisse der 83/6/6434-Bearbeitung von S-  
Mittelöl Scholven.

Influence of the degree of hydrogenation (A.P. of  
B-middle oil) on the results of the working of S-middle  
oil Scholven by means of 83/6/6434.

Frame Nos. 338 - 347

Der Einfluss des Hydrierungsgrades (AP. des B-Mittelöls)  
auf die Ergebnisse der 8376/6434-Verarbeitung vom  
B-Mittelöl Scholven.

Zusammenfassung.

- 1.) Scholvenzer Verflüssigungsmittelöl wurde über Kontakt 8376 bei verschiedenen Temperaturen auf B-Mittel-Anilinpunkt 90, 47, 44, 39 und 32 aufhydriert. Die B-Mittelöle wurden über Kontakt 6434 benziniert.
- 2.) Der Einfluss der Vorhydriertemperatur auf B-Mittelöl-Anilinpunkt, Phenolgehalt, Basenzahl und Benziniertbarkeit liegt in der erwarteten Richtung. Er ist zwischen 21 und 22,5 MV sehr gering, unterhalb 21 MV sehr stark. Es kann angenommen werden, dass das Hydriermaximum nur wenig oberhalb 22,5 MV liegt.
- 3.) Der Einfluss der Vorhydriertemperatur auf die Eigenschaften des 8376-Benzins ist viel geringer als auf die Mittelöleigenschaften.
- 4.) Der B-Mittelöl-Anilinpunkt hat auf die Qualität des 6434-Benzins folgenden Einfluss: Mit sinkendem B-Mittelöl-Anilinpunkt steigt der Aromatengehalt des 6434-Benzins auf Kosten des Paraffinanteils. Einen Einfluss auf die Grund-Oktanzahl des 6434-Benzins hat dies praktisch nicht, wohl aber auf die Klempfändigkeit, die mit sinkendem B-Mittelöl-Anilinpunkt ebenfalls abnimmt.
- 5.) Für die Qualität der Fertigbenzine (= Mischung aus 8376- und 6434-Benzin) gilt ebenfalls etwa das unter 4.) Gesagte.
- 6.) In dem technisch wichtigen Gebiet zwischen B-Mittelöl-Anilinpunkt 90 und 44, wo die Benziniertbarkeit der B-Mittelöle sehr gut bis ausreichend ist, ist die Abhängigkeit der Gesamtzusammensetzung, Grund-Oktanzahl und Klempfändigkeit der Benzine vom B-Mittelöl-Anilinpunkt ausserordentlich gering. Es ist anzunehmen, dass auch bis zu B-Mittelöl-Anilinpunkt 42 herunter nur sehr geringe Abhängigkeiten bestehen.

Versuche gemeinsam mit:

Dr. Peters  
" Grassl  
D.Ch. Trofinow

ges. Günther.

Untersuchungen:

Dr. Dehn, Dr. Fürst, Dr. Meier, Dr. Wittmann.

206871

### 1.) Zweck und Art der Versuche.

Durch die im folgenden beschriebenen Versuche sollte festgestellt werden, auf welchem B-Mittelöl-Anilinpunkt man im Scholven über Kontakt 8376 gehen muss, um gutes Arbeiten der 6434-Kammer zu gewährleisten, sowie die Abhängigkeit der Fertiggasqualität vom B-Mittelöl-Anilinpunkt.

Hierzu wurden in einem Versuch von fast 4 Monaten Dauer in einem 200 cm-Ofen aus Scholvenverflüssigungsmittelöl (P 1271 ohne Sumpfbenzin!) 8376-B-Mittelöle mit den Anilinpunkten 30, 47, 46, 39 und 32 hergestellt. Versuchsverlauf siehe Kurvenblatt I. Die Vorhydrierbedingungen wurden dabei bis auf die Temperatur konstant gehalten (250 at H<sub>2</sub>, Durchsatz 0,8, 3,0 cm Gas/kg Öl, 0,4 % CS<sub>2</sub>-Zusatz) und der jeweilige gewünschte Anilinpunkt des B-Mittelöls durch die Temperatur eingestellt. Begonnen wurde mit 22,5 MV = 434°C. Die Schichten mit Gesamtanilinpunkt 47 bis 50°C wurden gesammelt, herausfallende Schichten verworfen. Nachdem genügend Produkt für einen Bensingierungsversuch vorhanden war, wurde die Temperatur erniedrigt, bis der Anfall ca. Anilinpunkt 45 hatte, und die Chargen mit Anilinpunkt 44-47 erneut gesammelt. Auf diese Weise wurden je 50 Ltr. B-Produkt (Benzin + Mittelöl) mit den Anilinpunkten 48, 45, 43, 38 und 31 hergestellt. Die Sammelprodukte wurden zerlegt in Benzin -150°C und B-Mittelöl. Die Ergebnisse der Untersuchungen der 8376-Abstreifer, -Benzine und -B-Mittelöle befinden sich auf Tabelle I. Nach Beendigung dieser Versuche wurde die Temperatur nochmals auf 22,5 MV wie zu Beginn des Versuches eingestellt, um zu sehen, ob die Aktivität des Kontaktes gelitten hat. Es wurden folgende Ergebnisse erhalten:

|                          | Beginn (April) | Ende (August) |
|--------------------------|----------------|---------------|
| Anilinpunkt Gesamtanfall | 49°C           | 45°C          |
| Anilinpunkt B-Mittelöl   | 49°C           | 46°C          |
| Phenolgehalt B-Mittelöl  | 0,03 %         | 0,01 %        |
| Basenzahl B-Mittelöl     | 1,4 mg/l       | 92 mg/l       |
|                          | 8,2 mg/l       | 36 mg/l.      |

Die Hydrieraktivität des Kontaktes hatte nur wenig (von 49 auf 46) nachgelassen. Die Phenolreduktion war nach wie vor ausgezeichnet (0,01 %). Die Fähigkeit des Kontaktes, den Stickstoff aus dem Öl zu entfernen, hatte aber so erheblich nachgelassen (von Basenzahl ca. 5 auf über 30), dass das B-Mittelöl kaum mehr für die 6434-Benzinierung geeignet sein dürfte.

Nach weiterer 14-tägiger Betriebszeit mit 500 at-B-Produkt aus Primärbitumen wurde wiederum mit P 1271 bei 22,5 MV nur mehr B-Mittelöl-Anilinpunkt 36 bei 0,06 % Phenolen und Basenzahl 34,7 erhalten. In dieser 14-Tage-Periode war also auch die Hydrieraktivität des Kontaktes geschädigt worden.

Der Kontakt wurde nun mit Luft H<sub>2</sub>-Gemisch abgebrannt und mit einer Mischung aus Cyclohexan und Schwefelkohlenstoff bei 250 at H<sub>2</sub> und 22,5 MV geschwefelt. Mit dem so regenerierten Kontakt wurde auf P 1271 bei 22,5 MV B-Mittelöl mit Anilinpunkt 43, 0,01 % Phenolen und Basenzahl 10,4 erhalten. Der regenerierte Kontakt ist frischer also nicht gleichwertig. Die gesamten Ergebnisse mit P 1271 bei 22,5 MV gibt folgende Übersicht:

- 3 -

|                         | Beginn des Versuches (Frühkontakt) | Ende des Versuches | Nach der Periode mit B-Produkt aus Frischbrenn | Nach der Regeneration |
|-------------------------|------------------------------------|--------------------|------------------------------------------------|-----------------------|
| Datum 1942              | 27.4.                              | 17.8.              | 31.8.                                          | 6.9.                  |
| Anilinpunkt Abstreifer  | 49                                 | 45                 | 35                                             | 42                    |
| " B-Mittelöl            | 49                                 | 45                 | 35                                             | 43                    |
| Phenolgehalt B-Mittelöl | 0,03                               | 0,03               | 0,06                                           | 0,01                  |
| Basenzahl B-Mittelöl    | 4,8                                | 35,0               | 34,7                                           | 10,4                  |

Die B-Mittelöle wurden dann jeweils in einem Versuch in 50 cm-Öfen benzinisiert. Der 6434-Kontakt für alle 5 Versuche wurde aus einer Flasche entnommen, sodass gleichbleibende Kontaktsaktivität für alle 6434-Versuche gewährleistet ist. Bei der Benzinisierung wurden wiederum alle Bedingungen bis auf die Temperatur konstant gehalten. Diese wurde so gewählt, dass im Abstreifer ca. 50 % Benzin und 50 % bis 100 °C siedende Anteile enthalten waren, jedoch nicht über 22,5 MV hinaus gesteigert. Die übrigen Bedingungen waren: Kontakt; 6434 9 Füllen. Druck 250 at H<sub>2</sub>; Durchsatz 1,5 kg/l/h; 2,7 cm Gas/kg Öl. Basenzahl von 0,75 % Öl, aus Öl. Nach jeweils ca. 5 Tagen Versuchsdauer wurde das 6434-O-Mittelöl rückgeführt. Unter diesen Bedingungen wurde dann die grosse Benzinisierungsversuchung durchgeführt. Die Ergebnisse der Benzinisierungsversuche befinden sich auf Tabelle II.

Auf Tabelle III sind nochmals die wichtigsten Zahlen aus Verhydrierung und Benzinisierung angeführt sowie die Untersuchung der Festkörpersine (so der Mischungen der Benzine aus Verhydrierungs- und Benzinisierungsstufe.)

## 2.) Diskussion der Ergebnisse auf Tabellen I bis III:

Auf Tabelle I fällt folgendes auf (vgl. hierzu Kurvenblatt II):

- 1.) Die Verhydrierung des Kontaktes ist oberhalb 21 MV ziemlich wenig, unterhalb 21 MV stark temperaturabhängig. Es ist anzunehmen, dass das Hydriermaximum ähnlich wie beim Kontakt 7846 Mo (vgl. Zusammenstellung 191051, 0th. v.9.8. 1941) bei 22,5 MV oder knapp darüber liegt. Entsprechend dem fallenden Anilinpunkt des B-Mittelöls steigen spezifisches Gewicht, Phenolgehalt, und Basenzahl des B-Mittelöls mit sinkender Temperatur, was starkes Abziehen der Benzinisierbarkeit des B-Mittelöls mit fallender Verhydrier-Temperatur bedingt. Das B-Mittelöl-Anilinpunkt von 46-47 °C kann eben noch als ausreichend bezeichnet werden, um ein gutes Verhydrierungsprodukt zu erhalten.
- 2.) Die Unterschiede in der Siedekurve bzw. im Benzolgehalt des Abstreifers beruhen nur auf der Verwendung verschiedener Chargen P 1271, ebenso die Unterschiede in den Benzinisierungskurven.

-4-

- 4 -

- 3.) Der Anilinpunkt und damit die Zusammensetzung des Benzins ist nur sehr wenig von der Verhydrierungstemperatur abhängig, jedenfalls viel weniger als der Anilinpunkt des Mittelöls.
- 4.) Die Oktanzahlen sind im wesentlichen durch die Siedekurve des Verhydrierbenzins bestimmt; die geringen Unterschiede in der Zusammensetzung sind auf die Oktanzahl praktisch ohne Einfluss.

Auf Tabelle II ist zu bemerken:

- 1.) Die Abhängigkeit der Benzinisierbarkeit vom B-Mittelöl-Anilinpunkt wurde schon bei Tabelle I unter 1.) diskutiert.
- 2.) Die Benzine (bis auf das aus dem B-Mittelöl mit Anilinpunkt 32) wurden auf etwa gleiche Siedekurve gestellt.
- 3.) Die Zusammensetzung des 6434-Benzins ist von Anhydrierungsgrad des B-Mittelöls in der Weise abhängig, dass mit sinkendem B-Mittelöl-Anilinpunkt im wesentlichen die Aromaten auf Kosten der Paraffine zunehmen.
- 4.) Auf die Grundoktanzahl haben die unter 3) beschriebenen Verschiedenheiten der Benzinzusammensetzung keinen Einfluss, wohl aber auf die Kleinsprindlichkeit, die mit steigendem Aromatengehalt der Benzine (2 auf 20 %) von 19,6 auf 14,5 sinkt.
- 5.) Der 6434-O-Mittelöl-Anilinpunkt liegt jeweils um 2 bis 3 Punkte höher als der Anilinpunkt des 6434-Frischprodukts (6375-B-Mittelöls).
- 6.) Bemerkenswert ist, dass das B-Mittelöl mit Anilinpunkt 39 sich zwar, wie erwartet, schlecht, aber ohne merkliches Abziehen der 6434-Aktivität benzinisieren liess.

Auf Tabelle III ist wichtig (vgl. hierzu Kurvenblatt III):

- 1.) Vergleichend diskutierbar sind nur die ersten 4 Benzine. Das fünfte fällt in der Siedekurve stark heraus.
- 2.) Die Zusammensetzung der Benzine ändert sich ähnlich wie die der Benzine auf Tabelle II. (s.o.)
- 3.) Auch hier ist höchstens ein minimaler Einfluss der Zusammensetzung auf die Grundoktanzahl festzustellen, vermutlich, weil hier die Paraffine ähnlich gute Oktanzahlen haben wie die Aromaten. Die Höhe der Oktanzahl der Benzine ist im wesentlichen eine Funktion ihrer Siedekurve (5 - 100 °C). Von wesentlichem Einfluss hingegen ist die Zusammensetzung der Benzine auf die Kleinsprindlichkeit derselben.
- 4.) In dem technisch wichtigen Gebiet zwischen B-Mittelöl-Anilinpunkt 30 bis 40 °C ist die Benzinisierbarkeit des B-Mittelöls stark abhängig von der Verhydrierungstemperatur. Bei 22,5 MV ist die Benzinisierbarkeit des B-Mittelöls mit Anilinpunkt 30 bis 40 °C noch ausreichend, um ein gutes Verhydrierungsprodukt zu erhalten.

-5-



343

— 3 —

~~CONFIDENTIAL SOURCE. In 1st paragraph, cross out "in the vicinity of" and insert "at".~~

## Tabelle II.

Benzindierungen. Kat. 6474, 250 at, Durchsatz 1,5, -B-Mittelölle von Tab. I.

|                                                |                      |                    |                    |                     |                     |
|------------------------------------------------|----------------------|--------------------|--------------------|---------------------|---------------------|
| Anteilung des B-Mittelöls<br>an den Mittelölen | 30<br>7,3            | 47<br>11,6         | 48<br>9,2          | 39<br>65,8          | 32<br>217,8         |
| Durchsatz IV/°C                                | 22,2/362             | 21,0/400           | 21/400             | 22/425              | 22,5/434            |
| Anteilung des A-Motors<br>an den Motoren       | 0,777<br>62<br>62    | 0,760<br>60<br>55  | 0,760<br>59<br>55  | 0,780<br>51<br>51   | 0,830<br>13<br>5    |
| Anteilung des B-Motors<br>an den Motoren       | 0,75<br>22,0         | 0,73<br>24,0       | 0,75<br>28,1       | 0,82<br>24,3        | 0,21<br>7,2         |
| Anteilung des A-Motors<br>an den Motoren I/II  | 0,750<br>92/55       | 0,727<br>51/54     | 0,725<br>50/53     | 0,744<br>43/52      | 0,770<br>32/49      |
| B-Motor                                        | 55                   | 49                 | 55                 | 60                  | 72                  |
| A-Motor                                        | 12<br>14<br>14<br>14 | 13<br>61<br>28     | 5<br>52<br>53      | 3<br>52<br>53       | 7<br>37<br>32       |
| B-Motor                                        | 151/54               | 150/50             | 158/57             | 150/59              | 160/58              |
| A-Motor                                        | 43<br>54<br>2<br>2   | 43<br>52<br>4<br>1 | 40<br>55<br>4<br>1 | 34<br>53<br>10<br>3 | 33<br>56<br>20<br>1 |
| B-Motor                                        | 74,2<br>93,7         | 74,3<br>92,2       | 74,2<br>90,8       | 73,8<br>88,5        | 71,2<br>ca. 87,5    |
| Anteilung                                      | 0,8                  | 2,2                | 0,6                | 27,27               | 3,2                 |
| Anteilung des A-Motors<br>an den Motoren       | 55<br>275            | 49<br>305          | 48<br>300          | 43<br>265           | 34<br>253           |
| Anteilung                                      | ohne                 | ohne               | ohne               | ohne                | stark               |
| Anteilung des A-Motors<br>an den Motoren 1942  | 2./24.9.             | 5./21.8.           | 15./12.9.          | 4./3.8.             | 3./18.8.            |
| Anteilung des A-Motors<br>an den Motoren       | 4448<br>220          | 4884<br>283        | 4718<br>294        | 4757<br>257         | 4764<br>156         |

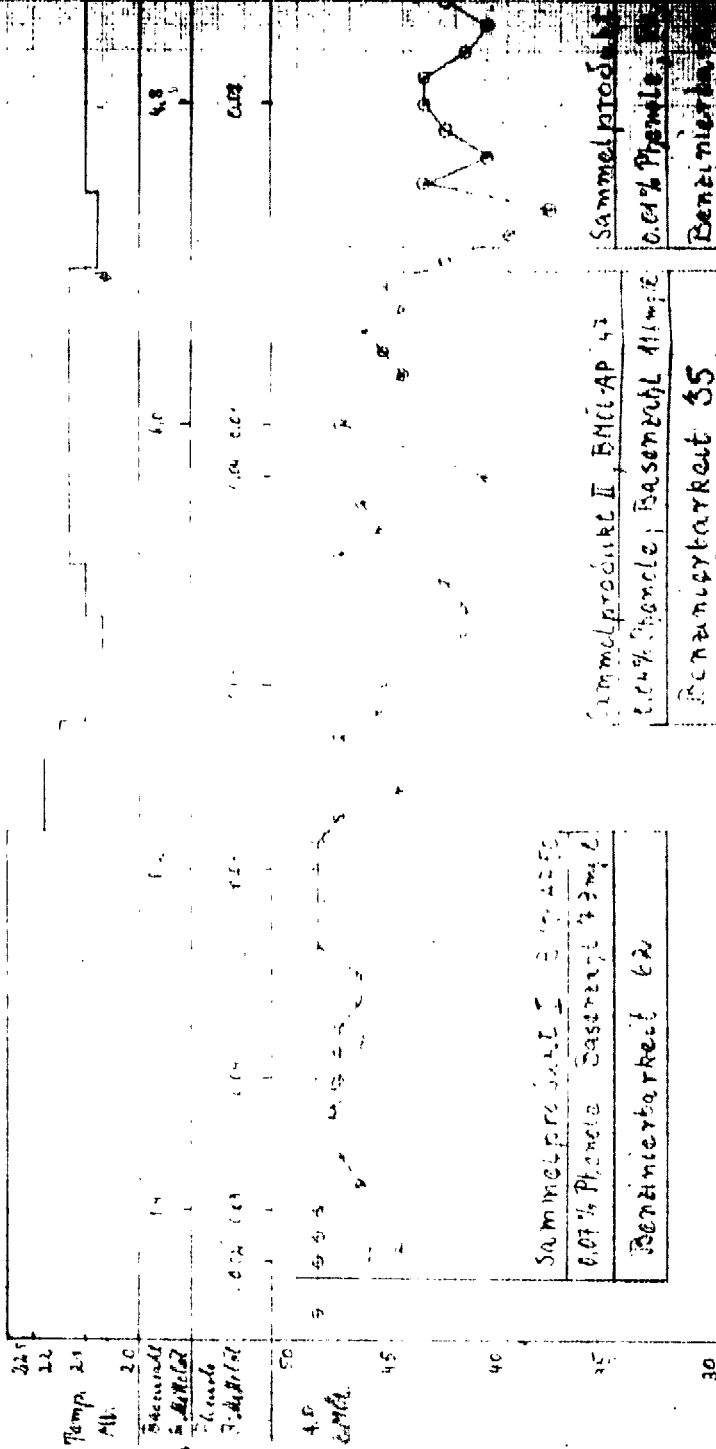


## Tabelle XII.

Fertigstellungs (Niederrungen aus 8576- und 8434-Brennöl).

| Vorteilhaftigkeits-Grp. IV | 22,5/434 | 22,2/434 | 20,9/437 | 20,5/440 | 20,0/442 |
|----------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 15,5     | 2,6      | 11,2     | 11,0     | 11,0     |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 7,5      | 11,6     | 7,2      | 8,8      | 21,0     |
| 8576-Brennöl               | 19,9/432 | 22,0/440 | 21,0/440 | 22,0/442 | 22,5/434 |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 62       | 33       | 33       | 21       | 5        |
| 8434-Brennöl               | 20       | 12       | 15       | 13       | 13       |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 80       | 88       | 85       | 87       | 87       |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 0,770    | 0,730    | 0,740    | 0,750    | 0,771    |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 90/51    | 90/52    | 48/51    | 42/51    | 32/48    |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 90       | 48       | 58       | 57       | 75       |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 10       | 10       | 2        | 2        | 34       |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 10       | 10       | 48       | 10       | 34       |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 10       | 10       | 93       | 10       | 34       |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 150/50   | 150/50   | 160/57   | 150/50   | 160/50   |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 24       | 20       | 36       | 21       | 21       |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 61       | 50       | 59       | 62       | 60       |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 1        | 1        | 1        | 1        | 1        |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 0,8      | 2,2      | 2,2      | 10,8     | 3,9      |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 71,2     | 74,0     | 72,0     | 71,2     | 70,8     |
| Ertrag in 8576-Brennöl     | 12,4     | 12,7     | 10,5     | 10,8     | 10,8     |
| Ertrag in 8434-Brennöl     | 10,1     | 10,7     | 10,5     | 10,5     | 10,5     |

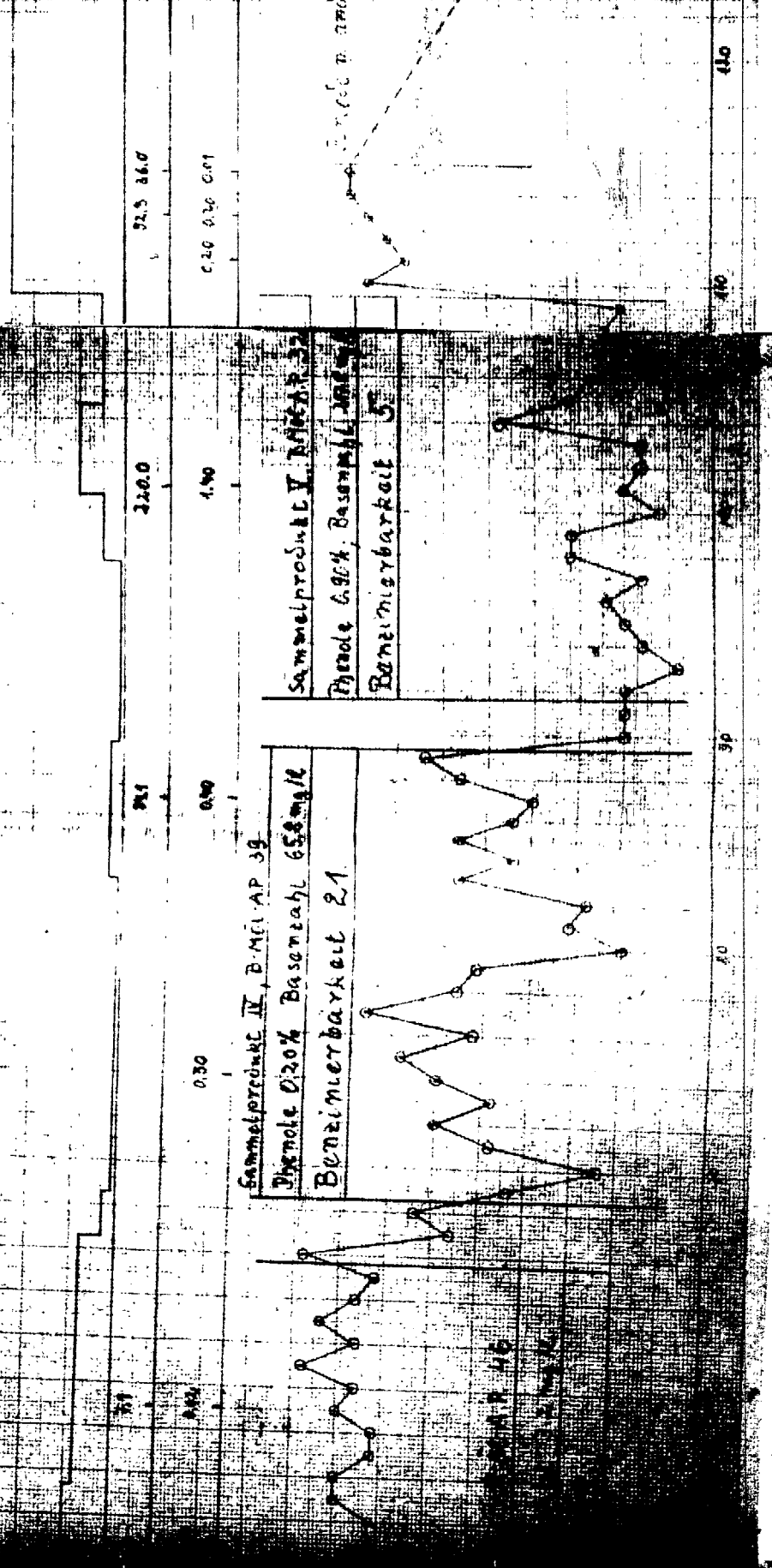
Versuchsverlauf der Irradiation von Thallium



Quelle: 24

# Y L I M I

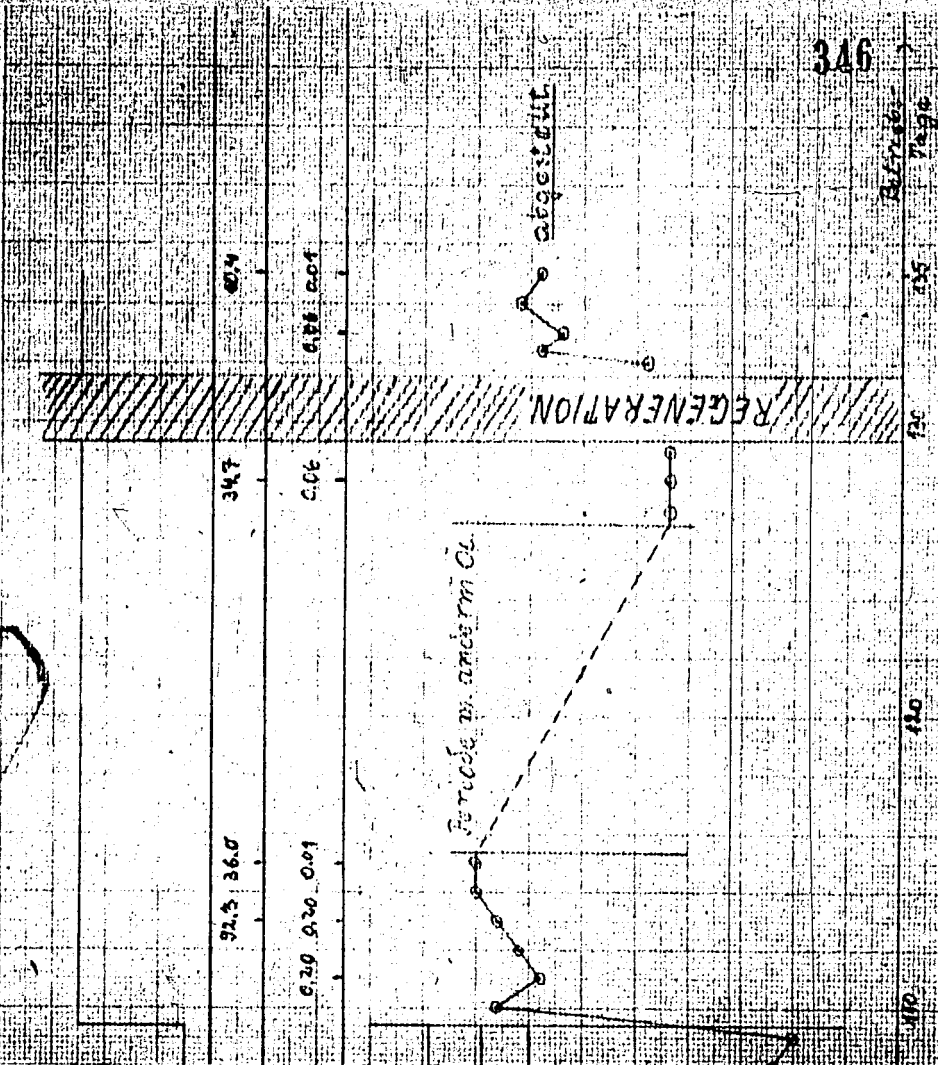
## Kundenblatt I



Sammelprodukt V, B-MCI-AP 32  
Phenole 0.20%, Basenzahl 658 mg/l  
Benzimierbarkeit 5

APR 46  
2.1

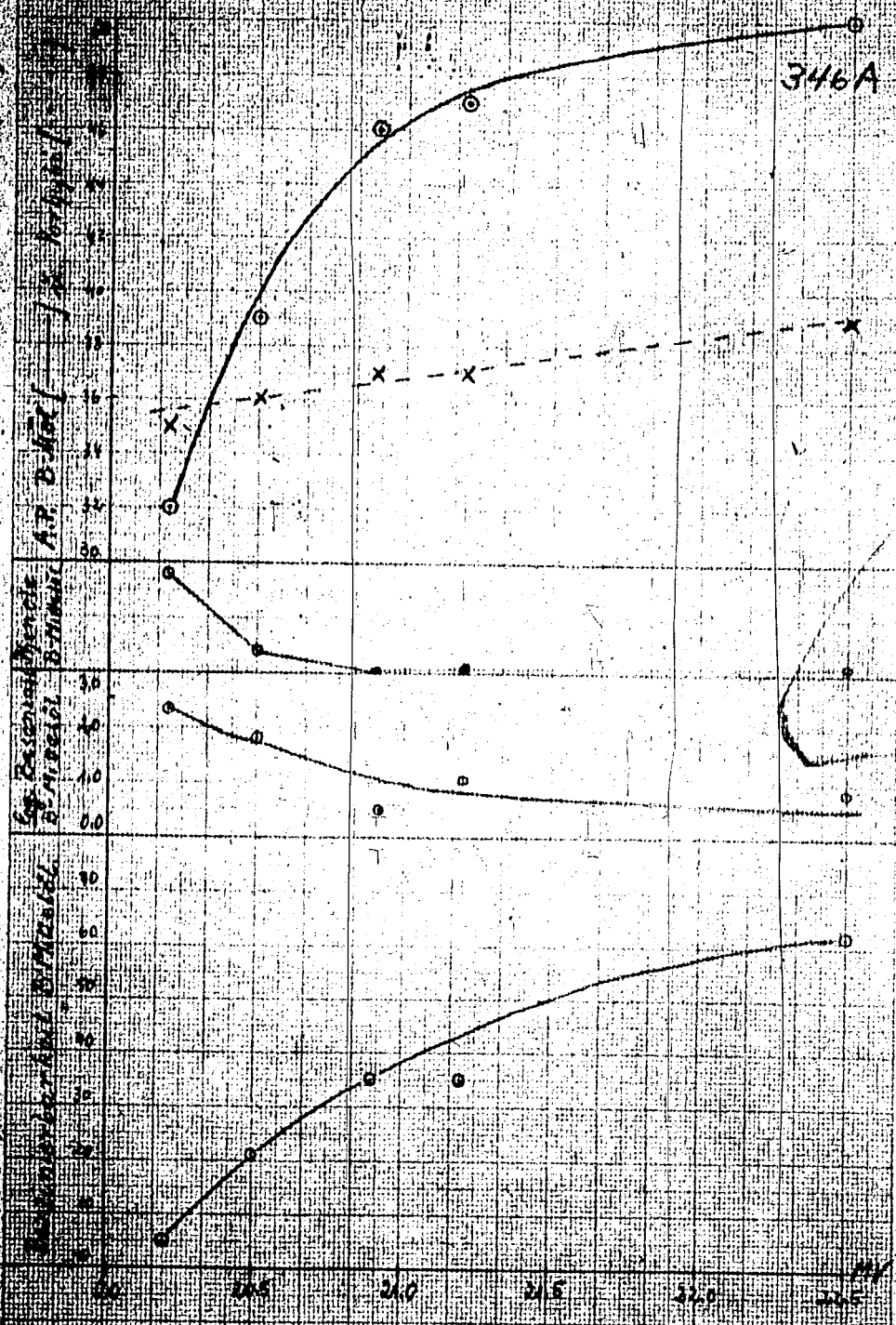
246  
März 46



IV. D-MOL-AP 39  
Basenzahl 65000  
Zahl 2.1  
Sammelprodukt V. Produkt 32  
Menge 0.90%; Basenzahl 65000  
Sammelprodukt 5

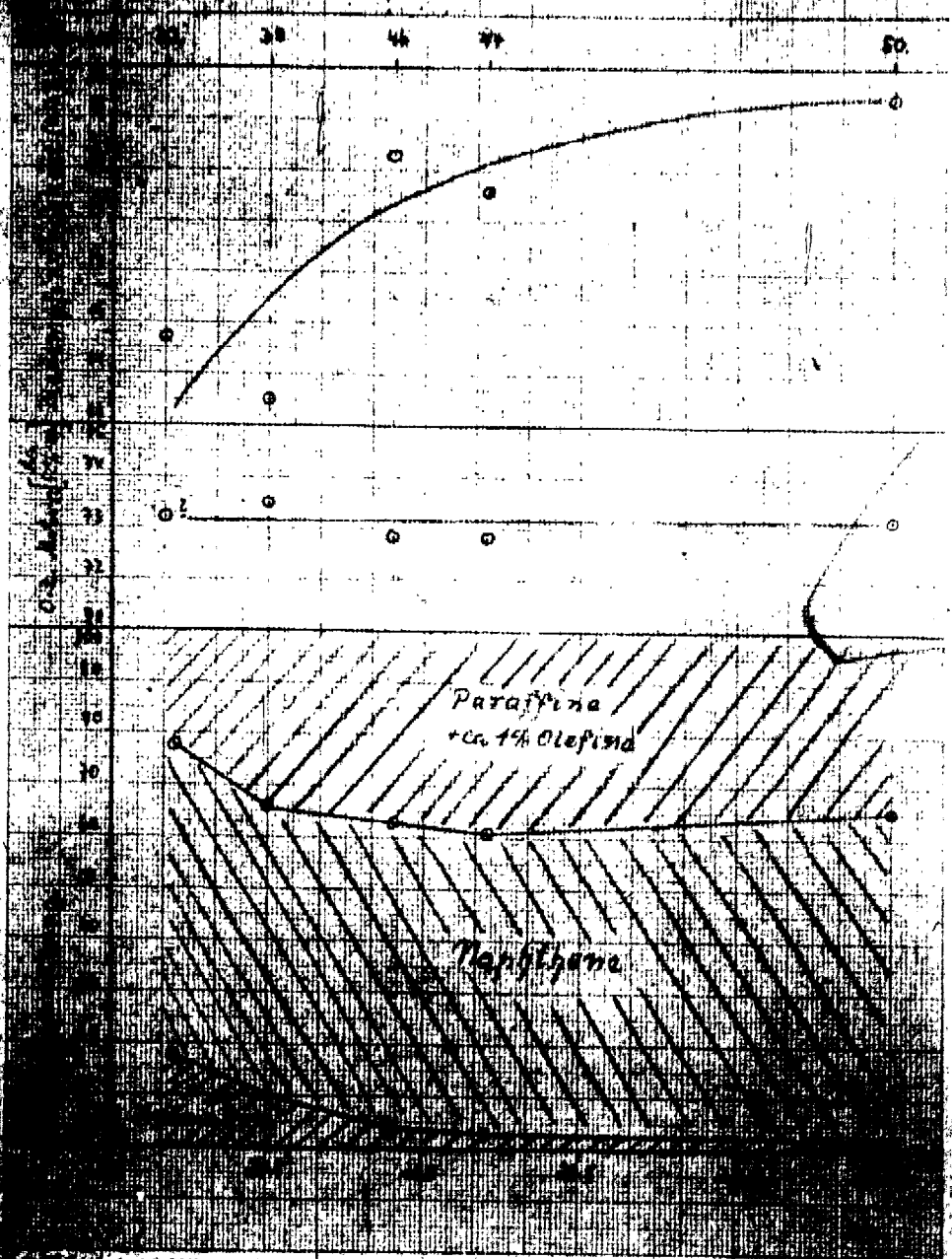


# Versuch I: Hydrolyse von Stk-Vorl. N.N. über Katal. bei versch. Temperaturen



1. Versuch: Paraffin (100g) + 1% Olefine  
 2. Versuch: Paraffin (100g) + 1% Olefine + 1% Olefine

347





TITLE PAGE

3. Autoklavenversuche zur Überführung von  $\text{CaCO}_3$  (Kaviar)  
in  $\text{CaSO}_4$  bei der Hydrierung von Rheinischer Braunkohle.  
Experiments in the autoclave aiming at the con-  
version of  $\text{CaCO}_3$  (Kaviar) into  $\text{CaSO}_4$  during the  
hydrogenation of brown coal from the Rheinland.

Frame Nos. 348 - 349







TITLE PAGE

4. Aktennotiz zum heutigen Stand der Entparaffinierungsanlage  
in Zeitz.

Notes about the present state of the dewaxing plant in  
Zeitz.

Frame Nos. 350 - 358

**Werkstoffbericht**  
**zu 350**

20. 9. 1942 SB/Pa

14 X

(4)

### Aktuelles

zum heutigen Stand der Entparaffinierungsanlage in S e i t e.

In der Entparaffinierungsanlage in Seite bestehen u. St. zwei Schwierigkeiten: erstens beträgt die Filterleistung nur 50% des projektierten Wertes, und zweitens hat die Verschlechterung des gewonnenen Paraffins bei Abheftung an die Filteroberfläche eine Umstellung auf HIL notwendig gemacht, wodurch ein Anstieg an Schmelzöl entsteht, das dem HIL nicht tragbar erscheint. In folgendem sollen die möglichen Ursachen dieser beiden Störungen und die eventuellen Abhilfen besprochen werden; eine Zusammenfassung befindet sich am Schluss dieses Berichtes.

### 1. Filterleistung.

Die Filteranlage in Seite besteht aus 10 Filtern von je  $20 \text{ m}^2$  Fläche, von denen etwa 3,5 in der ersten, 5 in der zweiten Stufe der Entparaffinierung eingesetzt sind, während 1,5 in Reserve bzw. in Reparatur sind. Die Filterleistung beträgt in der ersten Stufe  $80 \text{ kg/m}^2/\text{h}$ , in der zweiten  $34 \text{ kg/m}^2/\text{h}$ , wodurch in der ersten Stufe bei  $8,1 \text{ t/h}$  Durchsatz  $4,7 \text{ t/h}$  Gatsch +  $3,4 \text{ t/h}$  Öl, in der zweiten  $3,5 \text{ t/h}$  Rohparaffin +  $1,4 \text{ t/h}$  Öl erhalten werden; der Gesamtölschmelzdurchsatz beider Stufen beträgt  $92 \text{ t/h}$ . Demgegenüber war geplant eine Filterleistung von  $143 \text{ kg/m}^2/\text{h}$  in der ersten,  $103 \text{ kg/m}^2/\text{h}$  in der zweiten Stufe, d. h. jeweils von 5 Filtern in der ersten, 4 in der zweiten Stufe, deren Leistung also besonders stark hinter den Soll zurückbleibt. Der Gesamtölschmelzdurchsatz sollte  $190 \text{ t/h}$  betragen, sodass die ganze Anlage knapp 90% der Soll-Leistung erreicht.

Die Klammern fassen auf Verdachten, die in Laborgläsern mit brauner HIL-Nachstand angestellt werden waren, hierauf wurden durchschnittliche Filterleistungen von  $170 \text{ kg/m}^2/\text{h}$  in der ersten,

105 - 110 kg/m<sup>2</sup>/h in der zweiten Stufe erreicht. (Entschießlich betrug der Gesamtdurchschnitt für die 2. Stufe nur 80-90 kg/m<sup>2</sup>/h, doch beruhte das auf unseren technischen Störungen.) Der Leunser Rückstand war länger als der dermittige in Zeits (40% gegen rund 33%) und daher sicher besser filtrierbar, doch ist das wohl nur zum Teil für die heutigen schlechten Filterleistungen in Betracht zu ziehen.

Zur Abhilfe ist zunächst eine Vergrößerung der Filterfläche vorgesehen worden: 2 neue Filter befinden sich in Montage, 2 weitere sind bestellt; für diese insgesamt 14 Filter würde der vorhandene Bau gerade ausreichen. Darüber hinaus ist von Leuna vorgeschlagen worden, das ursprüngliche Projekt zu verdoppeln, um auch mit 50% Leistung die geforderte Produktion zu erreichen, also in ganzen 20 Filter aufzustellen. Die Kosten dieser Anlage betrügen 2 Millionen RM bei einer Lieferzeit von etwa 2 Jahren; sehr schwer würde die Beschaffung des benötigten Eisens sein. Es ist aber zu erwägen, ob man nicht doch schon, ungeschadet anderer Abhilfen, vorwiegend die Filter nach dem Leunser Vorschlag bestellen sollte; sie stünden dann für eine Erweiterung des Zeitrer Betriebes oder für andere Propan-Anlagen bereit.

Die Frage, ob zu hohe Viskosität des Gatsches I an der schlechten Filterleistung der Stufe 2 schuld sei, ist zu verneinen denn in Zeits brachte ein Zusatz von 10% Dieselloil keine Verbesserung. Auch frühere Versuche in Leuna mit dünnem HTH-Abstreifer zeigten keine relative Verbesserung.

Zu prüfen ist, ob in Zeits hinreichende Mengen an Filterhilfe, Parafflow, zugesetzt werden. Es ist in Leuna und Ludwigshafen festgestellt worden, daß Parafflow durch Vergrößerung der Paraffinkristalle und Verringerung der Filterkuchenstärke neben einer Senkung des Ölgehaltes in Paraffin auch eine Verbesserung der Filtrationszeit bewirkt; die optimale Menge war dabei 0,5% Parafflow. In Zeits ist ursprünglich, beim Anfahren, dem sehr gut filtrierbaren HTH-Abstreifer nur 0,5% zugesetzt worden. Aus Sicherheitsgründen sollte man heute 0,6-0,7% rechnen. In Ludwigshafen werden Versuche angestellt, um die Beziehung von Filterkuchenstärke zu Parafflowzusatz festzustellen. Ferner soll geprüft werden, ob das mit dem Parafflow in die Filtration gehende

Fremdöl -- Paraffin-Handelsware ist eine Lösung von 16% Paraffinöl in 84% Maschinenöl -- etwa eine Störung des Filtriervorgangs bewirkt.

Ferner wurde die Frage erhoben, ob die Filtrationsgeschwindigkeit von Einfluß auf die Filtriergeschwindigkeit sein könnte. An sich ist dies, nach Versuchen von Hr. Kühn, zu verneinen; vielleicht bewirkt aber ein durch die Druckdifferenz am Filter auftretender Temperatursprung eine Ölabscheidung im Filtertech. Da die Temperaturmessung in der Filterwanne wegen Paraffinansatzes an der Hülse des Thermoelementes unzuverlässig ist, wäre es aus Sicherheitsgründen zweckmäßig, einen Kältestrom durch die Filterwanne im Kreislauf zu führen, etwa durch Abpumpen von Propan, das durch Zuführen von frischem Kaltpropan ausgeglichen würde.

Wie mit dem erst kürzlich ad hoc entstandenen "WV"-Fahrzeug erzielenden Abstreifer-Rückstand erzielbare Filterleistung ist hier noch nicht untersucht worden. Erst damit würde man beurteilen können, ob die schlechte Filterleistung an Produkt oder am Verfahren liegt, denn es scheint nicht ausgeschlossen, daß die Störungen auf die mit der Änderung von der WV-Fahrweise auf WV-Fahrweise stets zunehmenden Mengen von Eingangsprodukt in die Entparaffinierung und damit auf möglicherweise verringerte Propan-Gemisch- und -Nachwasch-Qualitäten zurückzuführen sind.

### II. Paraffinabschlecker.

Für die Reinheit eines Paraffins zur Krytation stellt Oppen folgende Richtlinien auf: Paraffin mit Schmelzpunkt  $51-52^{\circ}\text{C}$  soll nicht über  $0,700$  bei  $70^{\circ}\text{C}$  spindeln und der S-Gehalt soll unter  $0,02$  liegen. Ferner gilt folgende Schmelzpunkt-Richte-Zeichnung:

Für Sp.  $^{\circ}\text{C}$  wird gefordert:  $d_{70}$

48  
49  
50

0.775  
0.775  
0.775

Eine Stichprobe von Weithütte die unten angeführten Daten; im Juni 1942, bei Annäherung an die WV-Fahrweise, war demgegenüber die folgende Verschlechterung eingetreten (nach Untersuchung in Oppen):



|                                       | Standardprobe | Juni 1942     |
|---------------------------------------|---------------|---------------|
| d <sub>4</sub> <sup>20</sup>          | 0,771 - 0,774 | 0,768 - 0,791 |
| Paraffin nach Hilde                   | 92-95%        | 65-72%        |
| Oxydationszeit                        | 24 Std.       | 120 Std.      |
| Carbonzahl im Prod.<br>(= Ketostufen) | 4-6           | 50-60         |
| Farbwert                              | 25-35         | 600-800       |
| Anstauung an Fettsäuren               | 30%           | 30%           |
| Vorlauf                               | 5%            | 10%           |
| Seidengehalt in Rohseife              | 2%            | 210%          |

Diese Qualitätsminderung wurde in Oppau erst ziemlich spät bemerkt, weil die aus Keits kommenden Lieferungen in einen grossen Vorratstank zu noch vorhandenem guten Paraffin gefüllt wurden und so nur eine ganz allmähliche Verschlechterung des in die Oxydation gehenden Paraffins bewirkten. Auf die Beschwerde Oppaus hin wurde in Keits wieder auf THH-Fahrweise umgestellt, dadurch entsteht ein schwerwiegender Ausfall an Schmieröl und auch ein grosser Teil des in Ausgangstank vorhandenen Paraffins wird zerstört. Eine Rückkehr zur THH-Fahrweise ist dringend erwünscht.

Zur Prüfung der Frage, ob das THH-Paraffin an sich schlechter sei als das THH-Produkt, wurden in Lemm und Ludwigshafen Propan-Refractionsversuche in Kippfilter mit dem THH-Erzeugnis von Keits angestellt, und zwar in Lemm durch Aufschäumen mit, in Ludwigshafen durch Auflösen in Propan. In völliger Übereinstimmung erhielten beide Stellen ein testgerechtes THH. Die Ludwigshafener Ergebnisse zeigt folgende Gegenüberstellung:

| Schlechtes THH-Paraffin      |          | In Kippfilter enthält                 |            |
|------------------------------|----------|---------------------------------------|------------|
| d <sub>4</sub> <sup>20</sup> | 0,787    | Ol                                    | 1,25       |
| Schmelzpunkt                 | 43,6°C   | d <sub>4</sub> <sup>20</sup> des Ol   | 0,7425     |
| Siedepunkt                   | +109,5°C | Paraffin                              | 0,778      |
| Wasserhalt                   | 10,7%    |                                       | 51,0%      |
| Sp.d. kl. freien Paraffins   | 52,6°C   |                                       | 11,5%      |
|                              |          | Sp.d. reinen Paraffins                | 7,0%       |
|                              |          |                                       | 52,2°C     |
|                              |          | Wasserhalt im Ol                      | 27,0%      |
|                              |          | Schmelzpunkt nach Aldrich-Refractions | +32°C      |
|                              |          | d <sub>4</sub> <sup>20</sup>          | 0,775      |
|                              |          | Schmelzpunkt                          | 52,2°C     |
|                              |          | Farbe                                 | rein weiss |

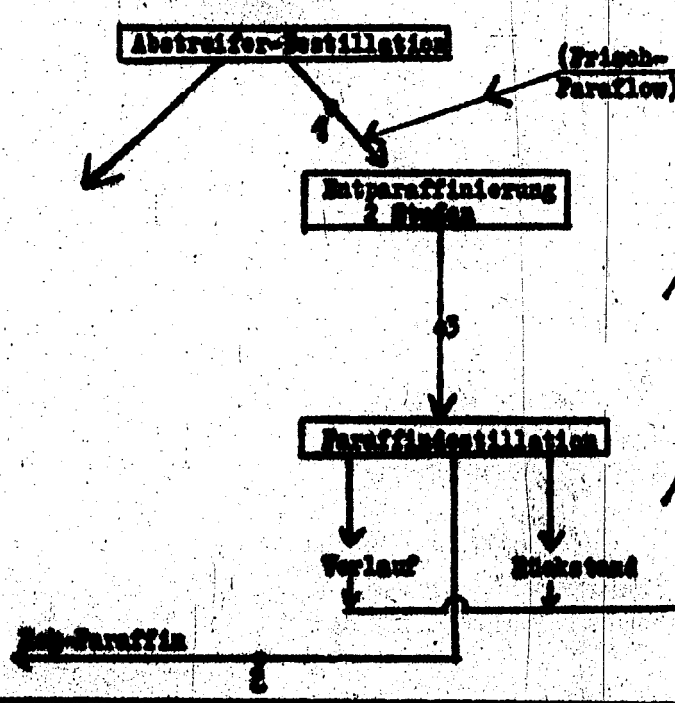


In Oppen konnte durch  $\text{AlCl}_3$ -Raffination allein das schlechte Paraffin nicht auf die geforderten Daten gebracht werden. Damit ist gezeigt, dass das TKN-Paraffin als solches gut ist, und dass ferner das in Zeits angewandte Aufschmelzen-Verfahren keine schlechteren Resultate zeitigt als die Wiederauflösung in Propan. Die Qualitätsminderung des Zeitzer Produktes lag also an der Entparaffinierung.

Zur Abhilfe sind folgende Vorschläge erwogen worden:

Durch Kernschmelzen des Filterrückstands würde der Kuchen dünner und beim Nachwaschen besser entölt werden; die gleiche Wirkung wäre durch Zugabe von ganz Paraffin zu erreichen. Dr. Wille in Zeits hat gefunden, dass die Mische des Paraffins bei längerer Verweilzeit des Mischens 2 im Mischbehälter um 0,002 zurückgeht; es ist daher die Aufstellung weiterer Mischbehälter geplant. Ob das den erhofften Erfolg bringt, erscheint fraglich, weil dann schon die viel intensivere Durchmischung in den neuen Griffen-Mischern in Zeits eine Besserung gebracht haben sollte, was nicht der Fall ist. Ferner sind in Ludwigshafen Raffinationsversuche mit  $\text{AlCl}_3$ , bzw.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  in Propanlösung beachtet.

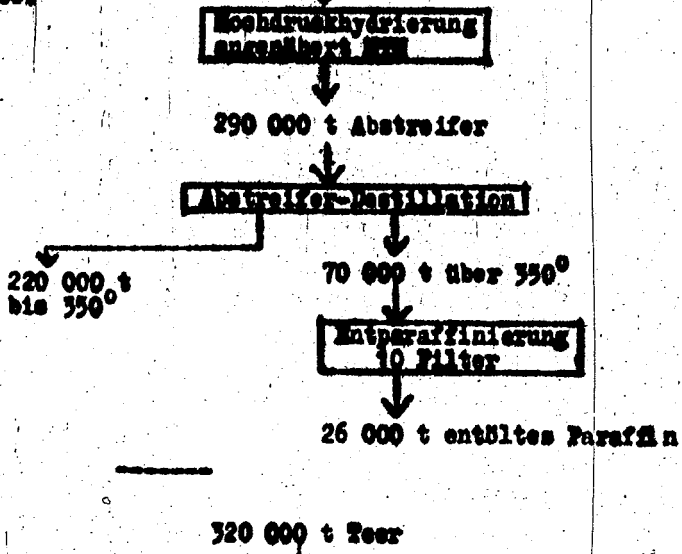
Andererseits könnte an geeigneter Stelle eine Hochdruck-Fluorwasserstoff-Raffination eingeschaltet werden. In Leuna wurde gezeigt, dass TKN-Paraffin bei 13-14 mV über 5058 ohne Spaltung raffiniert werden kann, wobei für die Fettsäurefabrikation brauchbares Paraffin entsteht; nach Ludwigshafener Ergebnissen beträgt die Ausbeute 92-93%. Hierzu werden weiterhin mit verschiedenen Produkten in Ludwigshafen Versuche angestellt. Die Anwendung der  $\text{H}_2$ -Raffination müsste in untenstehenden Zeitzer Verarbeitungsschemen an den 1 oder 2 erfolgen, also entweder vor der Paraffinabgabe zur Entparaffinierung oder nach dem Kernschmelzen der 3-33%-Fraktion des Paraffins. Die am sich beste Möglichkeit 3 scheidet aus, da hierbei entweder das teure Paraffin (rund 22 1/2 kg) zerstört oder eine Zwischendestillation zu seiner Abtrennung erforderlich würde. (Paraffin zerfällt sich bei 360°, die  $\text{H}_2$ -Raffination arbeitet bei etwa 400°).



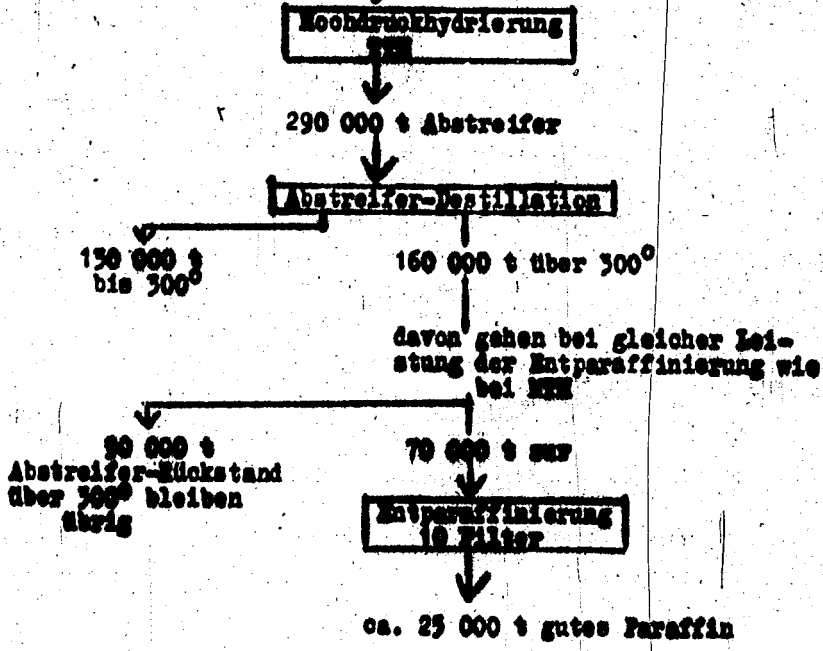
Von den Möglichkeiten 1 und 2 ist 1 vorzuziehen, weil eine Wasserstoff-Raffination mit der Entparaffinierung wahrscheinlich die Filterleistung und damit die Kapazität der Anlage verbessern dürfte.

Vor der Einrichtung einer solchen Raffination müßten noch Kleinversuche in Ludwigshafen angestellt werden, insbesondere mit H<sub>2</sub>-Abstreifer. Man ist in Seitz aber noch eine geringe H<sub>2</sub>-Arbeitsweise angewandt worden, weil die Entparaffinierung nicht in der Lage war, die dann anfallenden großen Rückstandsmengen aufzunehmen. Das sei in den folgenden Schemata verdeutlicht:

**Schema 1**  
angenähert H<sub>2</sub>,  
heutige Fahrweise.

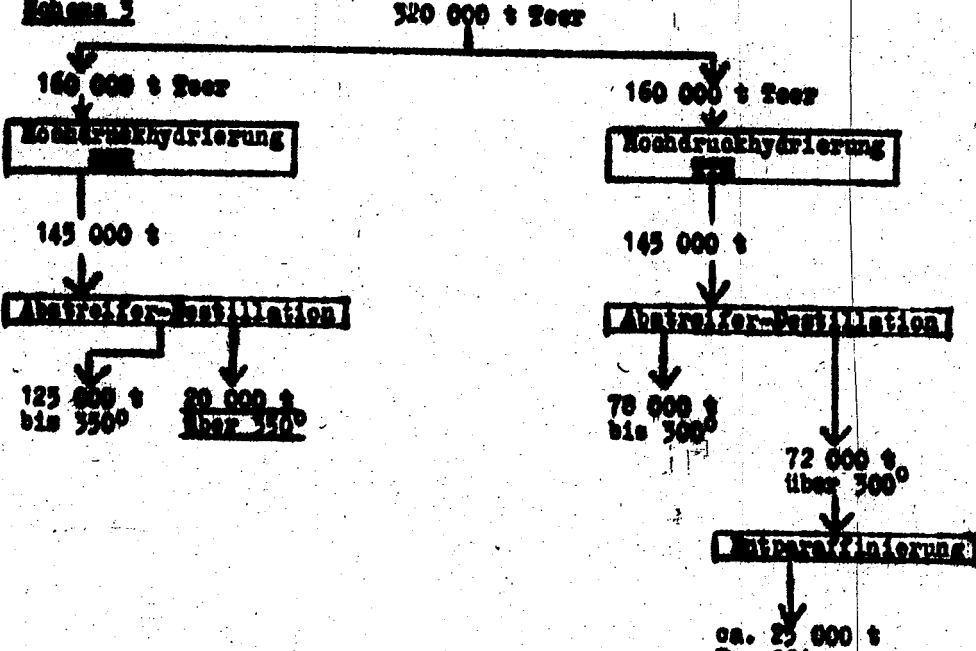


**Schema 2**  
reine H<sub>2</sub>-Fahrweise



Die nach Schema 2 übrigbleibenden 30 000 t Abstreifer-Rückstand sind schwierig unterzubringen; man könnte sie in 2 Kammern nach H<sub>2</sub>-Fahrweise verarbeiten, behielte aber dann immer noch 15 000 t H<sub>2</sub>-Abstreifer-Rückstand.

Es soll nun Seitz vorgeschlagen werden, einige Wochen nach folgendem Schema 3 zu arbeiten:



Durch die Aufteilung nach Schema 3 würde erreicht:

- 1) Oppau erhält sein Paraffin wie bisher, sofern mit genügender Propanmenge gearbeitet wird,
- 2) die Entparaffinierung erhält nicht mehr, als sie trotz 50% iger Leistung aufnehmen kann,
- 3) die erwünschten Produkte zur Prüfung der H<sub>2</sub>-Raffination in Kleinversuchen würden zugänglich.

Dagegen würden 20 000 to pro Jahr H<sub>2</sub>-Abstreifer über 350° einige Wochen lang anfallen und also etwa 1 500 - 2 000 t davon gestapelt werden müssen, die sich später schon unterbringen ließen.

Falls die Raffinationsversuche mit Wasserstoff in Ludwigshafen die Anlage einer  $H_2$ -Raffination für Zeits empfehlenswert erscheinen lassen, so würden sich die Kosten auf etwa 1,2 Mill. RM - für Hochdrucköfen, Vorwärmer, 500 m Leitung, aber ohne Rohr-raum - belaufen. Schwieriger ist die Eisenbeschaffung. Die Öfen wären notfalls am ehesten erhältlich, sodass zu prüfen wäre, ob man zwecks Leitungs- und Bau-Ersparnis in die Zeitzer Kammer zu den 3 vorhandenen einen vierten Ofen einbauen könnte. Übrigens würde die Einrichtung einer  $H_2$ -Raffination in Zeitz letztlich nur eine Vergrößerung der Hochdruckkapazität bedeuten, die sich auch bei späterem 100tägigen Arbeiten der Entparaffinierung oder bei Umstellung auf andere Fahrweise als nützlich erweisen könnte.

#### Zusammenfassung.

In Zeitz ist geplant bzw. begonnen:

- 1) Aufstellung weiterer Filter
- 2) " " Mischbehälter

In Ludwigshafen wird untersucht:

- 1) die Beziehung von Filterkuchenstärke zu Paraffin-Gehalts,
- 2) der Einfluss des Fremdsäure in Paraffin
- 3) die Raffination mittels  $AlCl_3$  oder  $H_2SO_4$  in Propanlösung
- 4) die  $H_2$ -Raffination von verschiedenen Produkten.

Zeitz soll vorgeschlagen werden:

- 1) Erwärmung der Filterdrehanhl
- 2) verbesserte Kühlung der Filterwanne
- 3) Zugabe von mehr Paraffin
- 4) Fahrweise einige Zeit nach Schema 3
- 5) Entweder die Verdoppelung der Filter oder die Einrichtung einer  $H_2$ -Raffination

ges. Hölcher.

TITLE PAGE

5. Neue TTH-Versuche mit Kontakt 5058 and Kontakt 7846.  
New TTH tests with catalyst 5058 and catalyst 7846.

Frame Nos. 359 - 360

(5) Neue 172-Paraffine mit Kontakt 5038 und Kontakt 7846.

Untersuchungsergebnisse des Ofenfalls von Ofen 17 v. 12.-16.6.42 (5038)  
und " " 15 v. 12.-15.6.42 (K 7846)

Der jeweilige gesamte Ofenfall wurde durch Destillation in Benzol, Methylol und einem Abtreiber Rückstand zerlegt. Letzterer wurde mit Propen in zwei Stufen entparaffiniert, wobei in der zweiten Stufe die Entfernung sowohl durch Wiederanfließen des Paraffins als auch durch Anmischen des Paraffinsäuren des ersten Stufe (Fahrweise Seite) durchgeführt wurde. Die Entparaffinierung und Entlösung geschah in Klappfilter, die Ergebnisse sind also gegenüber der technischen Fahrweise etwas zu günstig. Das jeweils anfallende Neiparaffin der Stufe II aus den Wiederanfließungsversuchen wurde zur Oxydation nach Oppen genutzt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen liegen noch nicht vor. Die Paraffine dürften sich wohl als brauchbar erweisen.

Bemerkenswert für die beiden Kontakte ist, daß die abgelaute Paraffinmenge in beiden Anfallprodukten die gleiche ist, obwohl Kontakt 7846 sehr spaltet und auch besser hydriert, wie aus den Daten für das entparaffinierte Öl und auch für das Paraffin ersichtlich ist. Letzteres hat gegenüber dem Paraffin mit Kontakt 5038 gewonnen, ein um 0,009 niedrigeres spezifisches Gewicht bis 70° bei gleichem Schmelzpunkt. Die Olierzeugung scheint bereits in der ersten Stufe beim Produkt mit Kontakt 7846 leichter zu gehen, da es in dieser Stufe relativ ölfrei anfällt. Es stellt in seiner Gesamtheit ein Spindelöl dar, während das entparaffinierte Öl mit Kontakt 5038 ein leichtes Maschinenöl ist.

Ob Unterschiede hinsichtlich der Paraffinqualität bei den beiden Entlösungsmethoden (Wiederanfließen oder Anmischen) bestehen, konnte nicht eindeutig geklärt werden, da die jeweils abgemessenen Propenmengen bei den beiden Stufen nicht genau gleich waren. (Wiederanfließen 200 g Propen, Anmischen 200 g Propen). Innerhalb ergaben sich aber wesentlich beim Paraffin mit Kontakt 7846 im Heizwertgrad der anfallenden Paraffine der Stufe II scheinbare Unterschiede, auf die hier hingewiesen werden soll. (d<sub>70</sub> : 0,778 beim Wiederanfließen gegenüber d<sub>70</sub> : 0,782 beim Anmischen.) Beim Kontakt 5038 sind die Unterschiede geringer.

Die Untersuchungsergebnisse sind im Einzelnen für beide Produkte aus beigefügter Tabelle ersichtlich.

Tabelle.

ges. Eigenheit

206201



## Tabelle.

|                                                                                                | Open 27 v. 12.-16.VI.42<br>Kont. 3030        | Open 15 v. 12.-16.VI.42<br>Kont. 7846                      |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| <b>Extraktion durch Destillation.</b>                                                          |                                              |                                                            |
| <b>Einwirkungszeit:</b>                                                                        | 9 000 g                                      | 8 730 g                                                    |
| <b>Destillat - 200</b>                                                                         | 227 g - 1,3% d. Offen-<br>falle              | 592 g - 6,7% d. Offen-<br>falle                            |
| <b>200 - 250° K<sub>2</sub>O 2,2 Vol.</b>                                                      | 4779 g - 95,3% d. Offen-<br>falle            | 4537 g - 52,0% d. Offen-<br>falle                          |
| <b>&gt; 250</b>                                                                                | 5740 g - 41,7% d. Offen-<br>falle            | 5970 g - 41,0% d. Offen-<br>falle                          |
| <b>Einwirkungszeit des<br/>Extraktions</b>                                                     | d. Offen-<br>falle: 43,3% d. Offen-<br>falle | d. Offen-<br>falle: 42,8% d. Offen-<br>falle               |
| <b>Extraktion des Rückstandes in 2 Stufen<br/>(0,2 % Paraffinrests)</b>                        |                                              |                                                            |
| <b>Stufe I</b>                                                                                 |                                              | <b>Stufe I</b>                                             |
| K-748 bis K-757 unter<br>Paraffin Stufe I                                                      | 52,8%<br>47,2% d. Offen-<br>falle            | K-748-K-751 unter<br>Paraffin: 42,8%<br>d. Offen-<br>falle |
| <b>Stufe II durch<br/>Extraktion</b>                                                           |                                              | <b>Stufe II durch<br/>Extraktion</b>                       |
| K-751 bis K-759                                                                                | 40,2% d. Offen-<br>falle                     | 40,6% d. Offen-<br>falle                                   |
| <b>Extraktion des Rückstandes nach<br/>Extraktion Stufe I (Ammoniak) (0,2 % Paraffinrests)</b> |                                              |                                                            |
| <b>1) Extrakt Stufe I</b>                                                                      |                                              |                                                            |
| d. Offen-<br>falle                                                                             | 0,873                                        | 0,867                                                      |
| d. Offen-<br>falle                                                                             | -10                                          | -9                                                         |
| Viel. 20°                                                                                      | 13,65%                                       | 1,16%                                                      |
| 50°                                                                                            | 3,2%                                         | 1,9%                                                       |
| V.l.                                                                                           | 30                                           | ?                                                          |
| <b>2) Paraffin Stufe II</b>                                                                    |                                              |                                                            |
| K-754                                                                                          | 0,782                                        | K-753                                                      |
| d. Offen-<br>falle                                                                             | 534                                          | 51                                                         |
| d. Offen-<br>falle                                                                             | 40,2% = 16,8% d. Offen-<br>falle             | 43% = 17,6% d. Offen-<br>falle                             |
| <b>1. Oxidation Vak. Zylinder<br/>unter Paraff. St. II</b>                                     |                                              |                                                            |
| <b>Extraktion 0 - 99 g</b>                                                                     |                                              |                                                            |
| d. Offen-<br>falle                                                                             | 0,780                                        | 0,777                                                      |
| d. Offen-<br>falle                                                                             | 53,0                                         | 53                                                         |
| A.P.                                                                                           | 113                                          | 112                                                        |
| Ölgehalt                                                                                       | 4,9%                                         | 4,6%                                                       |
| Oxydationstest Offen                                                                           |                                              |                                                            |

## TITLE PAGE

6. Extrahierende Hydrierung in 10 Ltr.-Ofen.  
Extracting hydrogenation in the 10 ltr. furnace.

Frank Nos. 361 - 365

Werkstoffversuche  
im 930

18. 9. 1942. v.Hm/Pr.

1. Extraktions- und Extraktion  
im 10 Lör.-Ofen.

(Vorläufiger zusammenfassender Bericht über die  
bisher durchgeführten Versuche.)

Ausgehend von den bekannten und auch im 10 Lör.-Ofen technisch durchführbaren Bedingungen der Uda-Extraktion wurden Versuche durchgeführt, im 10 Lör.-Ofen die Abhängigkeit der Filtrierbarkeit des Anfallproduktes von den angewandten Verarbeitungsbedingungen zu untersuchen. Die aus diesen Untersuchungen erhaltenen Aufschlüsse führten zu der Entwicklung eines neuen Verfahrens, bei dem es sich allerdings in keiner Weise um eine eigentliche Extraktion handelt und das mit Rücksicht hierauf daher als „extrahierende Hydrierung“ bezeichnet wird.

In der nachfolgenden Tabelle ist eine Übersicht über alle in dieser Zusammenfassung durchgeführten Versuche gegeben, in der neben den Versuchsbedingungen die für diese Verarbeitungswiese wichtigsten Versuchsergebnisse zusammengestellt sind. In dieser Tabelle sind die Versuche der besseren Übersicht halber nicht chronologisch angeordnet, sondern nach dem Druck in zwei Hauptgruppen unterteilt und innerhalb dieser steigender Temperatur folgend aufgeführt. Die Versuche bei gleichem Temperatur (unter gleichem Druck) sind ebenfalls wieder nach steigendem Durchsatz nebeneinandergestellt. Die beiden Versuche ohne Kontakt sind in einer besonderen Gruppe am Schluss aufgeführt. In den in dieser Tabelle angeführten Filterleistungen ist festzustellen, daß es sich um Zahlen der 100 kg-Filtration im Standfilter handelt, und die Filterleistungen bei einer technisch annehmbaren Schichtfiltration entsprechend höher liegen würden. Die in der Tabelle angeführten Zahlen stellen Mittelwerte aus den einzelnen Versuchsperioden dar, die nötigenfalls wegen der beträchtlichen Schwankungen der 100 kg-Filtration auf Grund der parallel durchgeführten kg-Filtration und 100 g-Filtration umgeschätzt wurden. Den Werten kommt daher höchstens eine Genauigkeit von 10 % zu. In Ganzen lassen sich diese Ergebnisse wie folgt zusammenfassen:

Die bisher als gültig angesehene Erfahrung, daß eine stärkere Anhydrierung sich ungünstig auf die Filtrierbarkeit des Anfalls auswirkt, kann, wie diese Versuche zeigen, für den Bereich oberhalb der Uda-Bedingungen d.h. also für höheren Druck und höhere Temperatur nur noch als beschränkt gültig angesehen werden. Die Temperatur ist von bedeutendem Einfluß auf die Filtrierbarkeit und zwar verbessert sich die Filtrierbarkeit bei sonst gleichen Bedingungen erheblich mit steigender Temperatur. Dies veranschaulicht Kurven-Abb. 1. Wegen der oben angeführten Ungenauigkeit der Filtrationswerte kann auf Grund von 3 Punkten nur eine ungefähre Richtung der Funktion angegeben werden, wenn sicher scheint, daß der Temperatureinfluss als in erster Näherung linear angenommen werden kann. Wenn die 3 Punkte, wie in den Fall bei 300 st wirklich auf einer Geraden liegen, und das als Zufälligkeit angesehen werden. Von nicht so großen, aber deutlichen Einfluß ist der Druck. Wie ebenfalls die

20/11/



Kurventafel I zeigt, verschlechtert eine Bruchschüttung die Filtrierbarkeit und zwar ziemlich gleichmäßig über das ganze in Frage kommende Durchsatzgebiet. Von geringem und nicht einschlägigem Einfluss ist der Durchsatz, der (vgl. Kurventafel 2) eine Abhängigkeit der Filtrierbarkeit im Sinne einer Verschlechterung mit zunehmendem Durchsatz zeigt. Von nur geringem Einfluss sind die Gase (vgl. Versuch 5 und 6), die Abblastrückführung (vgl. Versuch 14 und 15) und die Qualität des Ansatzes. Eine deutliche Verbesserung der Filtrierbarkeit bringt dagegen das Arbeiten ohne Kontakt mit sich, wie der Vergleich der Versuche 18 und 19 mit den Versuchen 16 und 17 zeigt. Die Mittelkornverteilung stimmt naturgemäß wie auch bei der normalen Hydrierung mit steigender Temperatur sowohl wie mit steigendem Druck zu, dagegen mit steigendem Durchsatz, Verringerung der Gase und Weglassen des Kontaktes ab.

Diese Beobachtungen zeigen, daß für die Filtrierbarkeit des Anfallproduktes zwei gegensätzliche Effekte wirksam sind. Eine nicht oder nur wenig spaltende Anhydrierung der primären Abbauprodukte der Kohle ist entsprechend den oben erwähnten bisherigen Erfahrungen der Hauptursache nachteilig für die Filtrierbarkeit. In dieser Richtung wirkt vor allem der Kontakt mit höherer Temp. Spaltende Hydrierung bzw. die Spaltung als solche, wie sie durch höhere Temperatur und auch höhere Verweilzeit verursacht wird, wirkt sich dagegen günstig auf die Filtrierbarkeit aus. Die günstigste Verweilzeit stellt daher einen Kompromiß dar, bei dem - wie oben der Versuch 19 zeigt - die Kohle unter hohen Temp. bei hoher Temperatur und hohem Durchsatz ohne Kontakt verarbeitet wird. Bei dieser Temperatur ist allerdings der Mittelkornzustand nicht vollständig hergestellt, so daß hier schon ein geringer Anstieg des Ansatzes (Mittelkorn) aus der Verweilzeit des Mittelkornes (Mittelkornzustand) gemindert werden. Ist man hier auf diese Beschaffenheit des Mittels, so muß man mit Kontakt und etwas geringem Durchsatz arbeiten und eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit von ca. 90% im Lauf nehmen 1). Spaltendweise läßt sich dies auch mit einem nicht hydrierend, sondern verhältnißmäßig spaltend wirkenden Kontakt ohne Verschlechterung der Filtrierbarkeit erreichen.

Die reine Extraktion unter den von Stinnes angegebenen Bedingungen läßt sich in 10 Ltr.-Ofen, wie ein kürzlich unternommener Versuch bewiesen hat, nicht durchführen. Die Strömungsverhältnisse des 10 Ltr.-Ofens führen bei so geringen Durchsätzen ohne Gas und ohne Abblastrückführung zum Absetzen und damit zum Anfall des Ofens. Außerdem ist der relativ kleine Elektrofen auch chemisch für die Extraktion, die größere Verweilzeit bei möglichst geringer Verweilzeit der verschiedenen Reaktionsstadien verlangt, nicht günstig. Jede Abweichung von den Bedingungen der reinen Extraktion in Richtung der Hydrierung, sei es durch Bruchschüttung, Wasserstoffgabe, Kontaktung oder Rückführung des anfallenden Extraktionsrückstandes (Mittelkorn), bedeutet eine Verschlechterung der Filtrierbarkeit. Erst wenn man zu so scharfen Bedingungen gelangt, daß der Abbau der Kohle und die Spaltung der Abbauprodukte sehr weit fortgeschritten und die ungünstige Wirkung der Anhydrierung überwiegt, gelangt man wieder zu gut filtrierbaren Anfallprodukten. Der 5 - 10 - fache höhere Durchsatz, den die extrahierende Hydrierung anzuwenden gestattet, müßte die Kosten des höheren Druckes überkompensieren.

1) wie bei Versuch 19-15.

gez. v. Hartmann

363

Tabelle 1

## Versuche bei 300 atm.

| Vers.Nr.                           | 1                              | 2              | 3     | 4              | 5     | 6     | 7                      | 8     |           |
|------------------------------------|--------------------------------|----------------|-------|----------------|-------|-------|------------------------|-------|-----------|
| Ofen                               | 451                            | "              | "     | "              | "     | "     | 451                    | "     |           |
| Datum                              | 1.u.<br>4.6.                   | 11.u.<br>19.6. | 20.5. | 24.u.<br>28.6. | 5.7.  | 15.8. | 20./21.5               | 6.9.  | 18.<br>5. |
| Bil.Nr.                            | 4u.5                           | 6 u.7          | 5     | 8 u.9          | 10    | 16    | 1 u.2                  | 18    | 12 u      |
| Temp. °C                           | 403                            | 421            | 425   | 435            | 454   | 454   | 425                    | 425   | 454       |
| Reink.Be.                          | 0.4                            | 0.4            | 0.4   | 0.4            | 0.4   | 0.5   | 0.8                    | 0.5   | 0.5       |
| Wass.gas m <sup>3</sup> /kg<br>Kk. | 0.8                            | 0.6            | 0.7   | 0.6            | 0.7   | 0.4   | 0.9                    | 0.4   | 0.7       |
| Anreicherung                       | 1:0.8                          | 1:1            | 1:0.8 | 1:1            | 1:1   | 1:1   | 1:0.8                  | 1:1   | 1:1       |
| Kohle Abschleim                    | 1:0.5                          | 1:0.5          | 1:0.5 | 1:0.5          | 1:0.5 | 1:0.5 | 1:0.5                  | 1:0.5 | 1:0       |
| Kontakt:                           | 1.25<br>Fein<br>.7 a           | "              | "     | "              | "     | "     | 1.25<br>Fein<br>.7 a   | "     | "         |
| Abbau Bal.                         | 42                             | 55             | 55    | 70             | 75    | 70    | 51.5                   | 67    | 6         |
| Abbau Anr.Oel<br>bzw. Petr.Krs.    | 74                             | 79             | 76    | 86             | 89    | 87    | 76.6                   | 83    | 9         |
| Ölgehalt % v.<br>Kohle             | -                              | 70             | -     | 72             | 69    | 75    | -                      | 75    | 7         |
| % Asphal                           | -                              | 6(7)           | -     | 2              | 6     | 2     | -                      | 1     |           |
| % Mittelöl                         | -                              | 0              | -     | 0              | 0     | 0     | -                      | 0     | 0         |
| % Blockstand                       | -                              | 94             | -     | 98             | 94    | 98    | -                      | 99    | 9         |
| Leistung (Bil.+<br>Bil.)           | -                              | 0.26           | -     | 0.26           | 0.26  | 0.35  | -                      | 0.36  | 0.        |
| Vergasung (% G v.<br>0 i.Kk.)      | -                              | 4              | -     | 7              | 10    | 6     | -                      | 2     |           |
| Anreicherung-<br>Bilanz            | ca-18                          | ca-10          | ca-10 | ca-10          | -8    | -2    | -12                    | -6    | -5        |
| % Asphalt a.Kk.                    | 25                             | 21             | 23.5  | 21             | 19    | 22    | 18.8                   | 23    | 20        |
| Filterlei-<br>stung v.Anfall       | nicht<br>fil-<br>trier-<br>bar | ca 30          | "     | 90             | 170   | 180   | nicht fil-<br>trierbar | 10    | 90        |

den 17.9.1942

v.Htm./Sw.

363

Seite 1

Versuche bei 600 atm.

| 8     | 9               | 10    | 11    | 12    | 13                                                                  | 14    | 15             | 16                 | 17                                                            | 18    | 19              |
|-------|-----------------|-------|-------|-------|---------------------------------------------------------------------|-------|----------------|--------------------|---------------------------------------------------------------|-------|-----------------|
| 6.9.  | 18.7.4.<br>9.8. | 31.8. | 24.7. | 29.7. | 3.4.                                                                | 19.9. | 24.4.<br>28.9. | 6.5.               | 4.10                                                          | 21.5. | 18.4.<br>21.10. |
| 10    | 12 u. 25        | 17    | 13    | 14    | 3                                                                   | 3     | 4 u. 5         | 8                  | 6                                                             | 9     |                 |
| 425   | 454             | 454   | 454   | 454   | 472                                                                 | 476   | 474            | 476                | 476                                                           | 476   | 474             |
| 0.5   | 0.5             | 0.5   | 0.6   | 0.7   | 0.6                                                                 | 0.7   | 0.7            | 0.8                | 0.9                                                           | 0.8   | 0.9             |
| 0.4   | 0.7             | 0.4   | 0.7   | 0.8   | 0.9                                                                 | 0.7   | 0.6            | 3.0                | 0.6                                                           | 2.8   | 0.6             |
| 1:1   | 1:1             | 1:1   | 1:1   | 1:1   | 1:1                                                                 | 1:1   | 1:1            | 1:1.2              | 1:1                                                           | 1:1.2 | 1:1             |
| 1:0.5 | 1:0.5           | 1:0.5 | 1:0.5 | 1:0.5 | 1:0.5                                                               | 1:0.5 | 1:1            | 1:0.5              | 1:1                                                           | 1:0.5 | 1:0.5           |
|       |                 |       |       |       | 1.25 FeS<br>0.7 ag<br>1.52 Super-<br>mass<br>0.5% Na <sub>2</sub> S |       |                | 1.25 FeS<br>0.7 ag | 1.25<br>7 ag<br>1.52 Super-<br>mass<br>0.5% Na <sub>2</sub> S | ohne  | ohne            |
| 67    | 80              | 83    | 75    | 74    | 89                                                                  | 91    | 85             | 84                 | 90                                                            | 76    | 75              |
| 83    | 91              | 91    | 91    | 92    | 93                                                                  | 93    | 93             | -                  | 94                                                            | 82    | 89              |
| 75    | 71              | 75    | 73    | 75    | 73                                                                  | 64    | 70             | 64                 | 71                                                            | 58    | 68              |
| 1     | 3               | 6     | 4     | 3     | 12                                                                  | 2     | 3              | 10                 | 3                                                             | 10    | 1               |
| 0     | 0               | 3     | 1     | 4     | 4                                                                   | 9     | 8              | 7                  | 17                                                            | 0     | 0               |
| 99    | 97              | 91    | 93    | 93    | 84                                                                  | 89    | 89             | 83                 | 80                                                            | 90    | 99              |
| 0.36  | 0.33            | 0.36  | 0.42  | 0.54  | 0.47                                                                | 0.47  | 0.47           | 0.50               | 0.66                                                          | 0.45  | 0.64            |
| 2     | 6               | 5     | 7     | 6     | 7                                                                   | 6     | 7              | 11                 | 5                                                             | -     | 8               |
| -6    | -5              | +3    | +1    | +4    | +4                                                                  | +9    | +8             | +7                 | +17(1)                                                        | -8    | -2              |
| 23    | 20              | 31    | 30    | 33    | 16                                                                  | 23    | 31             | 14                 | 25                                                            | 14    | 34              |
| 10    | 90              | 100   | 90    | 80    | 220                                                                 | 220   | 210            | 150                | 180                                                           | 190   | 340             |

Seite 1

364

Temperatur-Einfluss

Temperatur-Einfluss

bei der

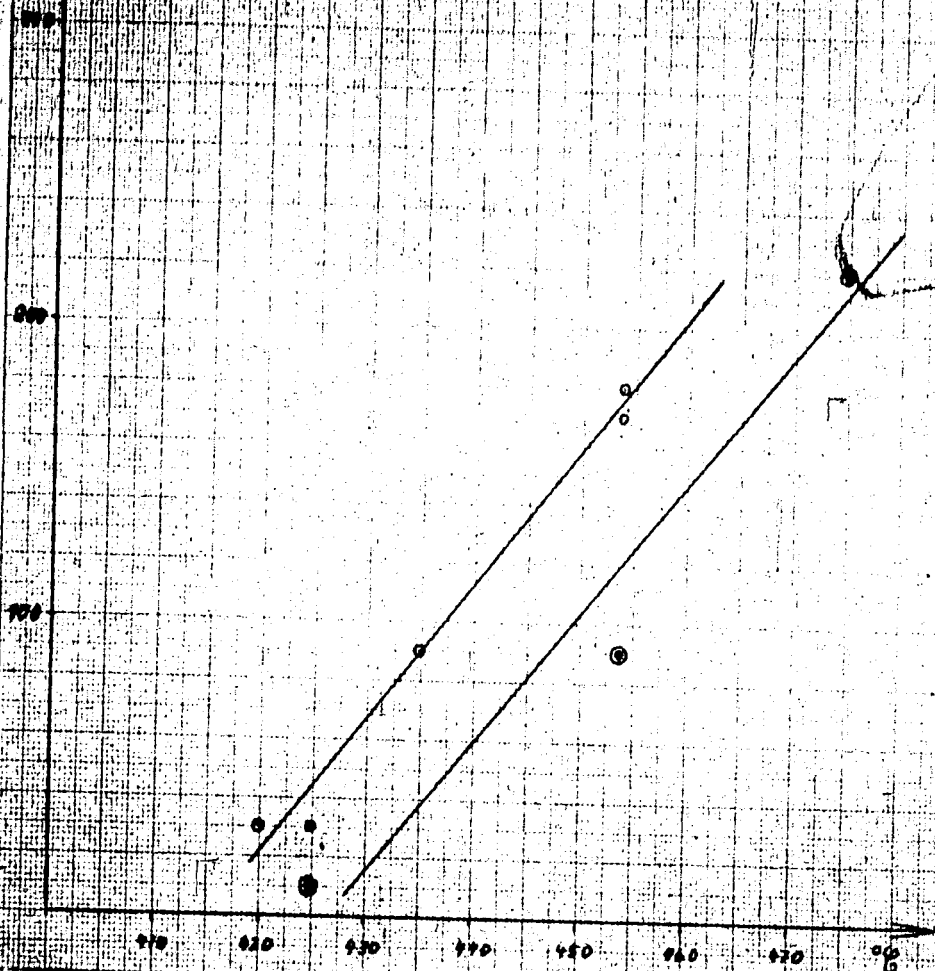
extrahierenden Hydrierung

Körnung

0,2 mm

○ 300 at Di 0,4

● 600 at Di 0,5



G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

Druck-Form A 4 (1910-1911)

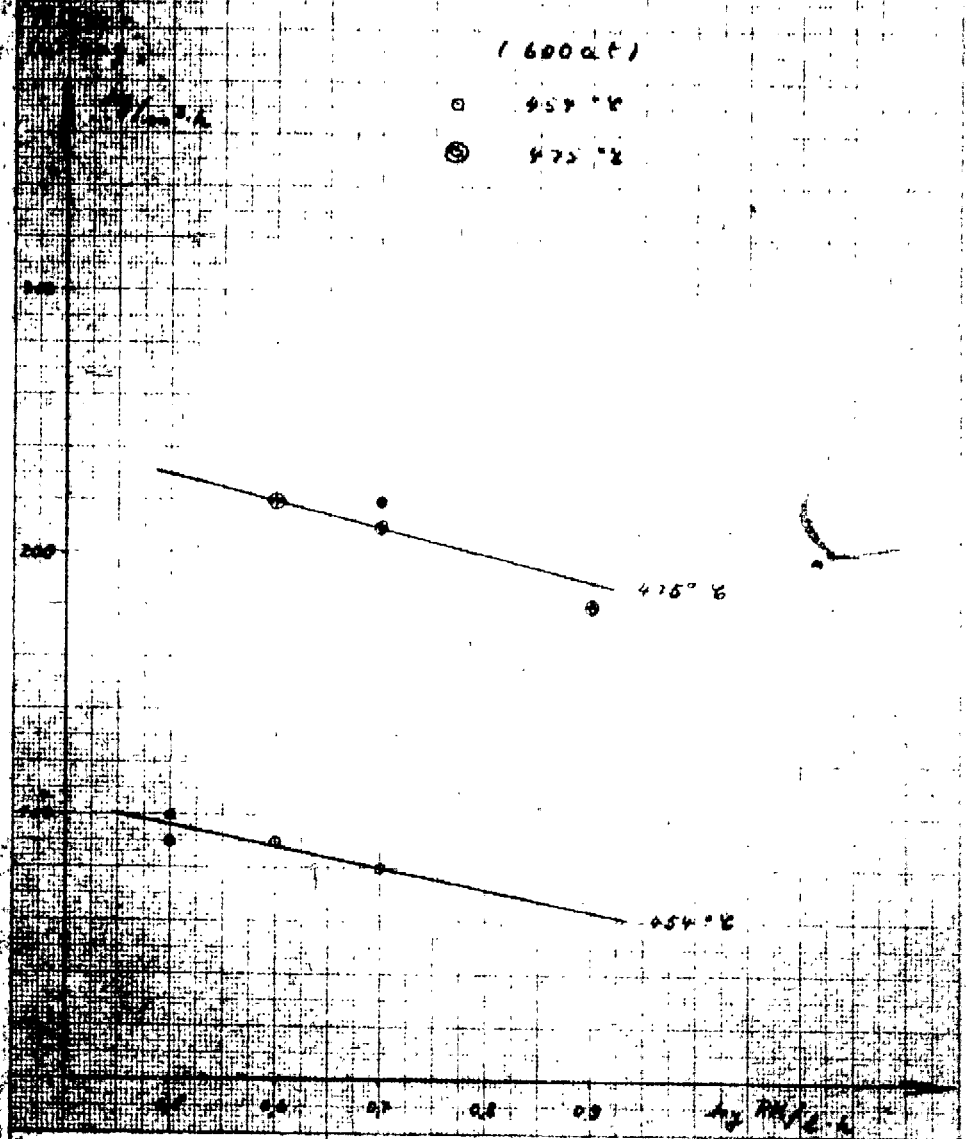
Einfluss des Durchsatzes

bei 100°C

extrahierender Hydrierung

(600 at)

- 95%<sup>o</sup> E
- 97%<sup>o</sup> E



TITLE PAGE

7. Stand der Arbeiten der Grossapparatur.  
Present state of performance of the technical apparatus.

Frame Nos. 366 - 382



Stand der Arbeiten der Grossapparatur.

1. DHD-Anlage Kammer 801:

Die Erzeugung von DHD-Benzin konnte von Monat zu Monat gesteigert werden, wie nachstehende Übersicht zeigt:

| Monat         | Erzeugung |
|---------------|-----------|
| November 1941 | 974 to    |
| Dezember 1941 | 1 665 "   |
| Januar 1942   | 1 631 "   |
| Februar 1942  | 1 659 "   |
| März 1942     | 2 288 "   |
| April 1942    | 2 226 "   |
| Mai 1942      | 2 103 "   |
| Juni 1942     | 2 244 "   |
| Juli 1942     | 2 474 "   |
| August 1942   | 2 900 "   |

Die Selbstproduktion der Anlage ist 2 200 Kilo, die in den ersten Betriebsmonaten nicht erreicht wurde, lediglich wegen stockender Belieferung mit Rohbenzin. Ab 2. Hälfte Juli ist die Erzeugung auf Wunsch des Reiches weiter erhöht worden und hat im August 2 900 Kilo erreicht. Es steht zu erwarten, dass diese Erzeugung auch in den weiteren Monaten eingehalten werden kann.

Als Rohstoff diente durchweg rumänisches Straightrun-Benzin. Es wurde vom November 1941 bis einschliesslich Februar 1942 mit einer Mischung von ethanischen und halbpentenenen Schwerbenzin und paraffinischem Leichtbenzin bei einer Abstreifer-Ausbeute bis zu 70,5 % und ab März 1942 mit Straightrun-Benzin von Mosbier-Benzinqualität bei einer nur wenig geringeren Ausbeute bis zu etwa 78 % oder Hochleistungsbenzin mit 1 - 1 1/2 atm Überladedruck über 0,5-Vergleichskurve erhalten. Eine gleiche Qualität konnte auch mit ungarischem Straightrun-Benzin erhalten werden. Bei diesem Produkt wurde eine höhere Ausbeute von 79 - 79,5 % erreicht. Die praktischen Monatsausbeuten haben diese Zahlen noch nicht erreicht, zumal durchweg nicht bei günstiger Fahrweise mit Vordestillation gefahren werden konnte und weil die Druckverhältnisse in den Kesselanlagen meiste nicht die gewünscht günstigsten waren. Eine Durchschnittsmonatsbilanz für den Monat Juni 1942 gibt die Übersicht Tabelle 2.

Besonders günstige Ergebnisse wurden mit einer ersten Versuchsserie von 840 to 5058-Rheinbraunbenzin erhalten. Gegen nur 50-60 Stunden betrug bei diesem Produkt die Fahrzeit der DHD-Periode 120 Stunden, ohne dass hiermit die DHD-Periode schon ausgefahren wurde (-Es lag kein Produkt mehr vor-). Ausserdem wurde eine

-2-

- 2 -

technische Ausbeute von 85,6 % ermittelt. Wegen dieser für die Produktionshöhe besonders günstigen Umstände ist mit dem RWIM vereinbart worden, dass wir ab September die ganze Produktion (etwa 3 500 to) von 5058-Benzin von Rheinbraun für unsere DHD-Anlage übernehmen, während die gleiche Menge an rumänischem oder ungarischem Benzin für die Autobenzin-Erzeugung freigegeben wird.

Die Produkteigenschaften sind in den anliegenden Tabellen und Kurvenblättern wiedergegeben. (Tabelle 3-6, Kurvenblatt 1-4).

2. DHD-Versuchskammer 504:

In der 1 oben DHD-Versuchsanlage Ka 504 sind im letzten Monat 18 to Höhenkraftstoff (Hochleistungsbenzin bis 180° mit Dampfdruck 0,2) aus Scholven 5058-6434-Abstreifer erzeugt worden. Der gewünschte Dampfdruck konnte nur durch teilweise Herausstellung von C<sub>2</sub> aus dem Anfallprodukt erreicht werden. Bei dieser ersten Erzeugung ist der Endpunkt etwas niedrig (siehe Tabelle), auch ist die Fraktion 160-180 sehr dünn. Es ist daher der Versuch mit einem höher abgeschnittenen Benzin wiederholt worden; von diesem Versuch liegen noch keine Resultate vor. In der Überladung hat das erstgenannte Produkt in einer Mischung mit 20 % Isooktan gute C<sub>2</sub>-Qualität (siehe Tabelle 7-8, Kurvenblatt 5).

3. 700 atm-Gasphaseversuchskammer 805.

In der Versuchskammer 805 ist im letzten Monat ein erster Gasphase-Versuch über Kontakt 7421 bei 700 atm zur Ausführung gekommen. Als Ausgangsprodukt diente Kohleverflüssigungsmittel 61 von Scholven, das wir gegen DHD-Rückstand ausgetauscht hatten. Bei einem Kontaktvolumen von 770 Litern wurde die Kammer am 21.9.42 mit zunächst 600 atm-Anfangsdruck, 2000 ohm Gasleistung bei 19 mV mit Einspritzung gefahren. Das Einspritzprodukt bestand zunächst aus 60 % a-Mittel 61 + 40 % 6434 b-Mittel 61, das letztere wurde ab 2. Fahrtag durch eigenes b-Mittel 61 ersetzt. Der Durchsatz wurde bis 23,9 auf 620 kg, die Temperatur auf 23,5 mV, der Druck auf 700 atm gesteigert. Die weiteren Zahlen sind in der anliegenden Tabelle zusammengestellt und zeigen, dass bei einer Steigerung der Ofen-Durchschnittstemperatur auf 24,5 mV eine noch sehr ungenügende Leistung von 0,325 erzielt wurde. Insbesondere sind die Phenolzahlen im Mittel 61 sehr ungenügend. Am 27.9., 13,55 Uhr sogen bei plötzlicher Zusammenfallen der Kammerdifferenz die Temperaturen im Ofen spontan binnen 2 Minuten auf 50 mV an. Das Durchgehen des Ofens wurde mit Kaltgas abgefangen und waren die Ofenelemente bereits wieder beim Zurückgehen auf Normaltemperatur, als in Produktinweg zwischen Regenerator und Vorheizer eine Verbindungsleitung platzte, was die Kammer zum Ausfall brachte. Die nähere Untersuchung hat ergeben, dass (offensichtlich durch die plötzliche Temperatursteigerung) im Regenerator-Rückgang-Rückweg ein Flansch undicht geworden war, das ausströmende Gas sich entzündete und hierdurch die oben erwähnte Verbindungsleitung austrahlte und zum Platzen gebracht wurde. Die Kammer ist nach Auswechslung des durch die plötzliche Entspannung undicht gewordenen Rohrbündels des Regenerators wieder voll

-3-

- 3 -

betriebsfähig und soll in etwa 8 Tagen wieder in Betrieb genommen werden.

In Parallelversuchen der Kleinapparatur wurden bei den gleichen Bedingungen, wie sie die Grossapparatur angewandt hatte, die oben erwähnte ungenügende Phenolproduktion sowie auch die sehr niedrigen Anfallpunkte im Abstreiferprodukt und b-Mittel 61 nicht bestätigt. Diese Feststellung deutet auf einen sehen von vornherein vorhandenen Kurzschluss im Regenerator, der im Zeitpunkte des Durchgehens des Ofens erkenntlich durch das plötzliche Zusammenfallen der Kammerdifferenz offensichtlich praktisch vollkommen vorhanden war. Das Durchgehen des Ofens wird hierauf zurückgeführt.

Gen. Füssenguth



Tabelle 1.

## Untersuchungsergebnisse der Ausgangsprodukte.

| Produkt            | 1<br>Rumänisches<br>Leichtbenzin<br>paraffinisch | 2<br>Rumänisches<br>Schwerbenzin<br>paraffinisch | 3<br>Rumänisches<br>Schwerbenzin<br>halb paraffinisch | 4<br>Mischung<br>Leicht-<br>benzin (1-2)<br>Schwerbenzin (1-2) | 5<br>Rumänisches<br>Benzin<br>Moos-<br>benzin | 6<br>Ungarisches<br>Benzin | 7<br>5050-Benzin<br>Moosbenzin |
|--------------------|--------------------------------------------------|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|----------------------------|--------------------------------|
| spez. Gew. b. 15°C | 0,726                                            | 0,802                                            | 0,788                                                 | 0,765-0,770                                                    | 0,746-0,759                                   | 0,758                      | 0,769                          |
| Anilinswert I      | + 51,8                                           | + 40,2                                           | + 44,9                                                | + 45 mm Hg                                                     | + 45 mm Hg                                    | + 42,6                     | + 37,4                         |
| II                 | + 57,0                                           | + 60,4                                           | + 60,3                                                | + 59 mm Hg                                                     | + 58 mm Hg                                    | + 57,7                     | + 51,7                         |
| Jodzahl            | 0,5                                              | 5,4                                              | 3,4                                                   | 3,0                                                            | 2,0                                           | 2,3                        | 1,8                            |
| Dampfdruck         | 0,357                                            | 0,014                                            | 0,056                                                 | 0,12                                                           | 0,2                                           | 0,16                       | 0,399                          |
| Kochkurve          | A.S.T.M.                                         | A.S.T.M.                                         | A.S.T.M.                                              | A.S.T.M.                                                       | A.S.T.M.                                      | A.S.T.M.                   | A.S.T.M.                       |
| Siedebeginn        | 53                                               | 148                                              | 114                                                   | 67-72                                                          | 58-68                                         | 70                         | 48                             |
| bis 60°C           | 0,4                                              | -                                                | -                                                     | -                                                              | 0,5-2,0                                       | -                          | 1,0                            |
| 70°C               | 2,6                                              | -                                                | -                                                     | -                                                              | 2-4                                           | -                          | 2,0                            |
| 80°C               | 13,5                                             | -                                                | -                                                     | -                                                              | 7-10                                          | -                          | 6,5                            |
| 90°C               | 35,6                                             | -                                                | -                                                     | -                                                              | 17-22                                         | -                          | 13,0                           |
| 100°C              | 60,0                                             | -                                                | -                                                     | -                                                              | 29-36                                         | -                          | 23,0                           |
| 110°C              | 81,0                                             | -                                                | -                                                     | -                                                              | 48-58                                         | -                          | 37,0                           |
| 120°C              | 91,0                                             | -                                                | -                                                     | -                                                              | 55-65                                         | -                          | 52,0                           |
| 130°C              | 95,8                                             | -                                                | -                                                     | -                                                              | 73-83                                         | -                          | 66,0                           |
| 140°C              | -                                                | -                                                | -                                                     | -                                                              | 90-95                                         | -                          | 77,5                           |
| 150°C              | -                                                | -                                                | -                                                     | -                                                              | 95-97                                         | -                          | 87,0                           |
| 160°C              | -                                                | -                                                | -                                                     | -                                                              | 160-165/98,1                                  | -                          | 92,0                           |
| Kendpunkt          | 139,5°C/98,0%                                    | 167/98,5                                         | 169/98,3                                              | 166-170/98,5                                                   | 160-165/98,5                                  | 165/98,5                   | 165/98,5                       |
| Rückstand          | 1,2                                              | 1,2                                              | 1,2                                                   | 1,0                                                            | 1,0                                           | 1,3                        | 1,3                            |
| Verlust            | 0,8                                              | 0,3                                              | 0,5                                                   | 0,5                                                            | 0,7                                           | 0,2                        | 0,8                            |
| O.S. Res.M.        | 64,5                                             | 63,0                                             | 60,0                                                  | 58-60                                                          | 57-60                                         | 66,0                       | 66,0                           |
| M.M.               | 60,5                                             | 63,0                                             | 58,0                                                  | 56-58                                                          | 55-60                                         | 60,0                       | 64,6                           |
| Zusammensetzung    |                                                  |                                                  |                                                       |                                                                |                                               |                            |                                |
| spez. Gew.         | 52,5                                             | 52,5                                             | 56,0                                                  | 54-55                                                          | 55-59                                         | 48,5                       | 51,5                           |
| Paraffine          | 39,5                                             | 24,0                                             | 24,5                                                  | 30-28                                                          | 27-32                                         | 33,5                       | 49,0                           |
| Naphthene          | 7,0                                              | 23,5                                             | 19,0                                                  | 15-17                                                          | 13-16                                         | 18,0                       | 19,0                           |
| Aromaten           | 1,0                                              | 0,0                                              | 0,5                                                   | 0,5                                                            | 0,5                                           | 0                          | 0,5                            |
| Ungesättigte       |                                                  |                                                  |                                                       |                                                                |                                               |                            |                                |

Tabelle 21.

Schema der Dehydrierung in Ia/Op. im Monat Juni 1942 bei Verarbeitung von rumänischem Benzin (Monsieurbenzinqual.)

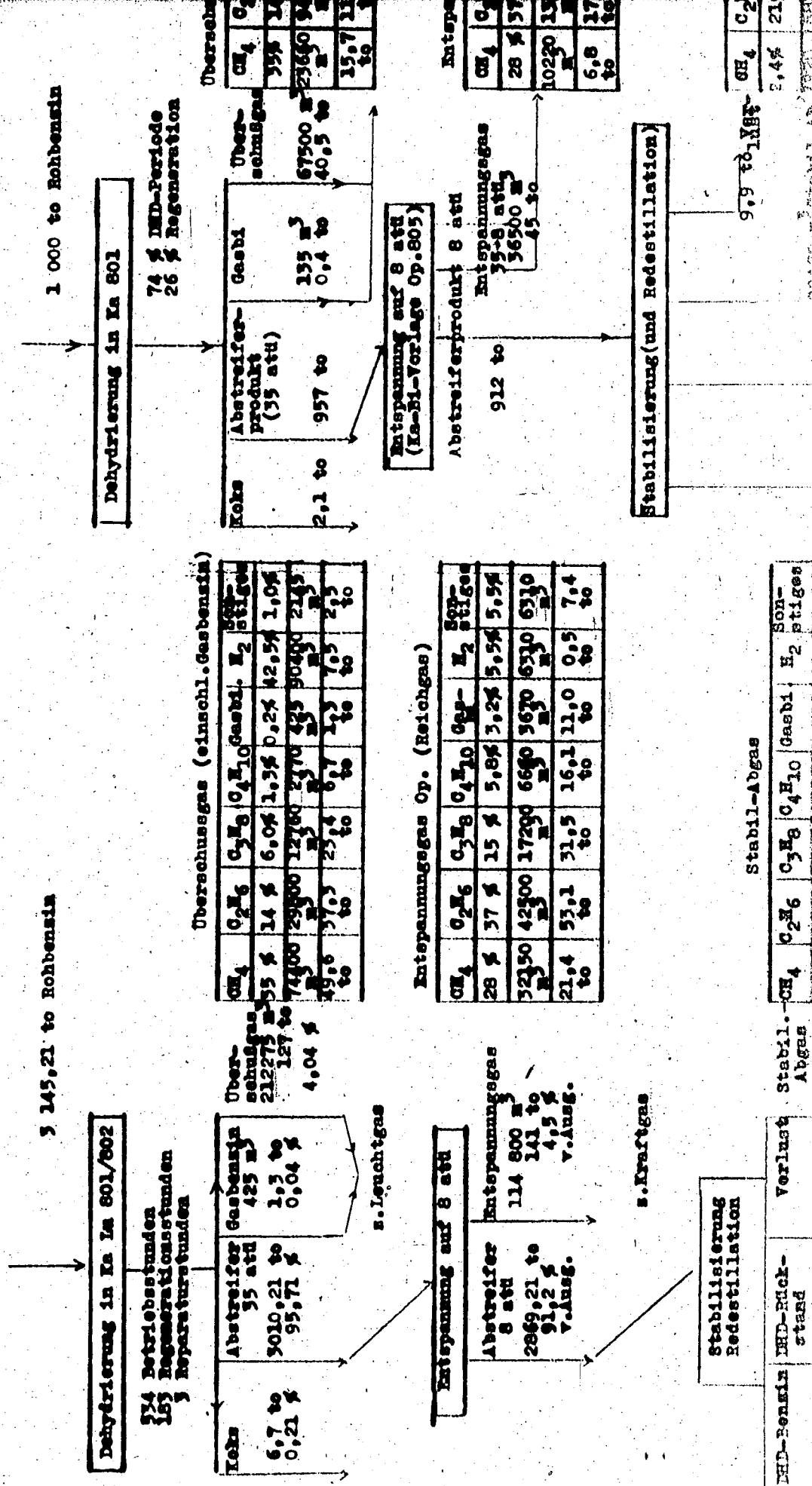




Tabelle 3.

DND-Vertigbensenin aus rumän. Leichtbensenin + Schwerbensenin.

|                         |                  |              |            |
|-------------------------|------------------|--------------|------------|
| Farbe:                  | farblos          | A.S.T.M.     |            |
| Geruch:                 | aromatisch       | Siedebeginn: | 46         |
| Spez. Gew.              | 0.7855/15°       | -50°         | 0.5 %      |
| A.P.I                   | - 1.5            | -60°         | 3.0 %      |
| A.P.II                  | + 61.6           | -70°         | 10.0 %     |
| On Streifen:            | gut              | -80°         | 19.5 %     |
| On Schale:              | 2.0 mgr          | -90°         | 29.0 %     |
| Dokortest:              | negativ          | -100°        | 37.5 %     |
| Ungesättigte:           | 0.5 %            | -110°        | 45.0 %     |
| Jedzahl N. 58:          | 4.6 %            | -120°        | 52.8 %     |
| Brechungsvermögen:      | 1.4448           | -130°        | 61.5 %     |
| Dampfdruck:             | 0.415 atm        | -140°        | 73.5 %     |
| Klappwert Fr.           | 6324             | -150°        | 85.0 %     |
| Kesselfach ohne Pb.:    | 92.5             | -160°        | 95.0 %     |
| " + 0.12% Pb:           | 103.0            | -170°        | -          |
| Motor ohne Pb:          | 81.4             | E.P.         | 168/98.0 % |
| " + 0.12% Pb:           | 92.0             | Rückst.      | 1.0 %      |
|                         |                  | Verlust      | 1.0 %      |
| Bombentest              | ohne Druckabfall |              |            |
| Glasschale vor Alterung | 0.4 mgr          |              |            |
| " nach "                | 18.5/2.7 mgr     |              |            |
| Zusammensetzung:        |                  |              |            |
| Paraffine               | 29.5             |              |            |
| Naphthene               | 11.0             |              |            |
| Aromaten                | 59.0 (53 Vol.%)  |              |            |
| Ungesättigte            | 0.5              |              |            |

Tabelle 4.MDP-Paraffin aus Moosbierbaumwurz.

|                                   |                                       |
|-----------------------------------|---------------------------------------|
| Farbe:                            | farblos                               |
| Geruch:                           | aromatisch                            |
| Spez.Gew.:                        | 0,7743/15°                            |
| A.P.I + 48°                       | 56,0 % Aromaten                       |
| A.P.II + 52,5°                    |                                       |
| Un-Streifen                       | gut                                   |
| On Schale + Pb 0,0 mgr            | 0,0 mgr + P.H.                        |
| Dekortest                         | negativ                               |
| Un gesättigte                     | 0,25 %                                |
| Jedzahl                           | 5,1                                   |
| Brechungsvermögen                 | 1,4389/20°                            |
| Dampfdruck                        | 0,409 atm                             |
| Kliewert Nr.                      | 6974 M                                |
| Rechench ohne Pb                  | 94,2                                  |
| " + 0,12% Pb                      | ca. 105,0                             |
| Motor ohne Pb                     | 79,0                                  |
| " + 0,12% Pb                      | 91,0                                  |
| Bombentest + Pb Abf.v.9,3 auf 8,6 | 2 1/2 Std.konst. (+ P.A. ohne Abfall) |
| Glasschale vor Alterung           | 0,0 mgr + Pb (+ P.H. 0,9 mgr)         |
| " nach "                          | 38,4/35,7 mgr (+ P.A. 6,6 " )         |

Zusammensetzung:

|               |        |
|---------------|--------|
| Paraffine     | 33,0 % |
| Naphthene     | 10,5 % |
| Aromaten      | 56,0 % |
| Un gesättigte | 0,5 %  |

A.S.E.M.

|             |             |
|-------------|-------------|
| Siedebeginn | 49°         |
| - 50°       | 0,5 %       |
| - 60°       | 6,0 %       |
| - 70°       | 15,0 %      |
| - 80°       | 24,0 %      |
| - 90°       | 33,0 %      |
| - 100°      | 42,0 %      |
| - 110°      | 52,0 %      |
| - 120°      | 62,0 %      |
| - 130°      | 73,0 %      |
| - 140°      | 82,0 %      |
| - 150°      | 89,0 %      |
| - 160°      | 93,5 %      |
| - 170°      | -           |
| R.P.        | 172°/97,0 % |
| Rückst.     | 1,3 %       |
| Verlust     | 1,7 %       |

Tabelle 5.HD-Paraffin aus ungarischem Benzin.

|                                                                             |                               |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|
| Spez. Gewicht:                                                              | 0,7825/15°                    |
| A.P.I - 1,2°                                                                | 57,5 % Aromaten               |
| A.P.II + 59,0°                                                              |                               |
| Cu Streifen                                                                 | gut                           |
| Cu Schale                                                                   | 2,1 mgr + Pb                  |
| Dokortest                                                                   | negativ                       |
| Ungesättigte                                                                | 0,75 %                        |
| Jodzahl                                                                     | 4,7                           |
| Brechungsvermögen                                                           | 1,4426/20°                    |
| Dampfdruck                                                                  | 0,429 atm                     |
| Klopffwert Nr.                                                              | 6971 H                        |
| Kessel ohne Pb.                                                             | 94,5                          |
| Motor ohne Pb.                                                              | 78,5                          |
| Bombentest + Pb Abfall v. 9,4 auf 8,8, konstant 2 Std. (+ P.A. ohne Abfall) |                               |
| Glasschale vor Alterung                                                     | 0,7 mgr +                     |
| " nach "                                                                    | 84,9/56,2 mgr (+ PA. 0,6 mgr) |
| Zusammensetzung:                                                            |                               |
| Paraffine                                                                   | 26,5 %                        |
| Naphthene                                                                   | 15,0 %                        |
| Aromaten                                                                    | 57,5 %                        |
| Ungesättigte                                                                | 1,0 %                         |

A.S.T.M.Siedebeginn

|         |             |
|---------|-------------|
| - 50°   | 45°         |
| - 60°   | 0,9 %       |
| - 70°   | 4,5 %       |
| - 80°   | 11,5 %      |
| - 90°   | 21,0 %      |
| - 100°  | 31,5 %      |
| - 110°  | 43,0 %      |
| - 120°  | 55,0 %      |
| - 130°  | 67,0 %      |
| - 140°  | 77,0 %      |
| - 150°  | 86,0 %      |
| - 160°  | 92,5 %      |
|         | 96,0 %      |
| E.P.    | 170°/98,0 % |
| Flücht. | 1,2 %       |
| Verlust | 0,8 %       |

Tabelle 6

## HHD-Benzin aus Rheinbraunbenzin

|                                                                              |                                     |
|------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|
| Spez. Gewicht:                                                               | 0,7875/15°                          |
| A.P. I -0,7°                                                                 | 56,0 % Aromaten                     |
| A.P. II +37,9°                                                               | gut                                 |
| On Streifen                                                                  | 2,0 mgr/0,5 mgr + P.A.              |
| On Schale + Pb                                                               | negativ                             |
| Dokortest                                                                    | 0,2 %                               |
| Ungesättigte                                                                 | 1,5                                 |
| Jodzahl                                                                      | 1,4451/20°                          |
| Brechungsvermögen                                                            | 0,402 atm                           |
| Dampfdruck                                                                   | 7218 H                              |
| Klopffwert Nr.                                                               | 92,3                                |
| Kesselfall ohne Pb                                                           | 106                                 |
| " + 0,12 % Pb                                                                | 79,5                                |
| Motor ohne Pb                                                                | 92,0                                |
| " + 0,12 % Pb                                                                |                                     |
| Bombentest + Pb Abfall v. 9,3 auf 8,3 konst. 1 3/4 Std. (+ P.A. ohne Abfall) |                                     |
| Glasschale vor Alterung                                                      | 0,6 mgr (+ P.A. 0,8 mgr)            |
| " nach "                                                                     | 57,1/54,7 mgr (+ P.A. 11,0/2,3 mgr) |
| Zusammensetzung:                                                             |                                     |
| Paraffine                                                                    | 26,0 %                              |
| Naphthene                                                                    | 18,0 %                              |
| Aromaten                                                                     | 56,0 % = 50,5 Vol. %                |
| Ungesättigte                                                                 | -                                   |

|             |              |
|-------------|--------------|
| A.S.T.M.    |              |
| Siedebeginn | 50°          |
| - 50°       | -            |
| - 60°       | 1,5 %        |
| - 70°       | 6,0 %        |
| - 80°       | 15,0 %       |
| - 90°       | 27,0 %       |
| - 100°      | 40,0 %       |
| - 110°      | 54,0 %       |
| - 120°      | 65,0 %       |
| - 130°      | 75,5 %       |
| - 140°      | 85,0 %       |
| - 150°      | 92,0 %       |
| - 160°      | 98,5 %       |
| E.P.        | 165,0/98,2 % |
| Rückst.     | 1,1 %        |
| Verlust     | 0,7 %        |

Tabelle 7

HHD-Benzin bis 180° Kenngr 504  
(Kühnkraftstoffkomponente)

|                                                                           |                             |
|---------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|
| Spez. Gewicht:                                                            | 0,798/15°                   |
| A.P. I + 30,2°                                                            | 29,0 % = 58,0 % Aromaten    |
| A.P. II + 56,4°                                                           | gut                         |
| On Streifen                                                               | 8,4 mgr/2,2 mgr + P.A.      |
| On Schale + Pb                                                            | negativ                     |
| Dokortest                                                                 | -                           |
| Ungesättigte                                                              | 1,8                         |
| Jodzahl                                                                   | 1,4488/20°                  |
| Brechungsvermögen                                                         | 0,409 atm                   |
| Dampfdruck                                                                | 7253 H                      |
| Klopffwert Nr.                                                            | 94,5                        |
| Kesselfall ohne Pb                                                        | ca. 105                     |
| " + 0,12 % Pb                                                             | 81,9                        |
| Motor ohne Pb                                                             | 92,3                        |
| " + 0,12 % Pb                                                             |                             |
| Bombentest + Pb Abfall 8,8 auf 7,4 konst. 2 1/4 Std. (+ P.A. ohne Abfall) |                             |
| Glasschale vor Alterung                                                   | 1,9 mgr (+ P.A. 0,9 mgr)    |
| " nach "                                                                  | 97,6/78,0 mgr (+ P.A. 9,0 " |
| Zusammensetzung:                                                          |                             |
| Paraffine                                                                 | 19,0 %                      |
| Naphthene                                                                 | 23,0 %                      |
| Aromaten                                                                  | 58,0 % = 53,0 Vol. %        |
| Ungesättigte                                                              | -                           |

|             |              |
|-------------|--------------|
| A.S.T.M.    |              |
| Siedebeginn | 65°          |
| - 50°       | -            |
| - 60°       | 1,0 %        |
| - 70°       | 10,0 %       |
| - 80°       | 26,0 %       |
| - 90°       | 41,0 %       |
| - 100°      | 52,0 %       |
| - 110°      | 66,0 %       |
| - 120°      | 68,0 %       |
| - 130°      | 76,0 %       |
| - 140°      | 84,0 %       |
| - 150°      | 91,0 %       |
| - 160°      | 95,0 %       |
| - 170°      | 98,5 %       |
| E.P.        | 177,0/98,5 % |
| Rückst.     | 1,0 %        |
| Verlust     | 0,5 %        |

Tabelle 8

Kühnkraftstoff & Mischung von 80 Teilen HHD-Benzin bis 180°  
zu 20 Teilen Benzol 110°

|                                                                          |                             |
|--------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|
| Spez. Gewicht:                                                           | 0,7795/15°                  |
| A.P. I + 31,4°                                                           | 46,5 % Aromaten             |
| A.P. II + 57,1°                                                          | leichter Farbumlauf         |
| On Streifen                                                              | 8,9 mgr/2,1 mgr + P.A.      |
| On Schale + Pb                                                           | negativ                     |
| Dokortest                                                                | keine                       |
| Ungesättigte                                                             | 2,5                         |
| Jodzahl                                                                  | 1,4750/20°                  |
| Brechungsvermögen                                                        | 0,412 atm                   |
| Dampfdruck                                                               | 7228 H                      |
| Klopffwert                                                               |                             |
| Bombentest + Pb Abfall v. 9,0 auf 8,0 konst. 3 Std. (+ P.A. ohne Abfall) |                             |
| Glasschale vor Alterung                                                  | 1,9 mgr (+ P.A. 0,9 mgr)    |
| " nach "                                                                 | 72,8/61,9 mgr (+ P.A. 8,7 " |
| Zusammensetzung:                                                         |                             |
| Paraffine                                                                | 41,5 %                      |
| Naphthene                                                                | 12,0 %                      |
| Aromaten                                                                 | 46,5 % (41 Vol. %)          |
| Ungesättigte                                                             | -                           |

|             |              |
|-------------|--------------|
| A.S.T.M.    |              |
| Siedebeginn | 65°          |
| - 50°       | -            |
| - 60°       | 1,0 %        |
| - 70°       | 6,0 %        |
| - 80°       | 20,0 %       |
| - 90°       | 39,0 %       |
| - 100°      | 54,0 %       |
| - 110°      | 61,0 %       |
| - 120°      | 68,0 %       |
| - 130°      | 73,0 %       |
| - 140°      | 79,0 %       |
| - 150°      | 84,0 %       |
| - 160°      | 90,0 %       |
| - 170°      | 96,0 %       |
| E.P.        | 178,0/96,0 % |
| Rückst.     | 1,2 %        |
| Verlust     | 0,1 %        |



### Tabella 9.

**Letter 803.**

| Datum:                          | 23.8.42    | 24. 8.42   | 25.8.42    | 26.8.42    |
|---------------------------------|------------|------------|------------|------------|
| <u>Ernährungs B.B.</u>          |            |            |            |            |
| spez. Gewicht                   | 0.938      | 0.938      | 0.962      | 0.960      |
| A.P. I                          | -12.6      | -16.2      | -14.0      | -14.0      |
| Phenole                         | 12.5       | 11.61      | 11.6       | -          |
| 100 cm <sup>3</sup> Bagler S.B. | 85         | 95         | 102        | 110        |
| - 180                           | 11.5       | 12.5       | 9.0        | 5.0        |
| - 250                           | 53.5       | 50.5       | 51.5       | 54.5       |
| - 300                           | 83.5       | 78.5       | 85.0       | 87.0       |
| I.P. 6%                         | 324 / 97.5 | 320 / 98.0 | 321 / 99.0 | 315 / 98.9 |
| <u>Abschleifer Prod. A.B.</u>   |            |            |            |            |
| spez. Gewicht                   | A.         | B.         | A.         | B.         |
| A.P.                            | 0.905      | 0.895      | 0.879      | 0.857      |
| 100 cm <sup>3</sup> Bagler S.B. | -1.0       | +5.3       | -          | +8.2       |
| - 100                           | 63         | 49         | 53         | 46         |
| - 150                           | 5.0        | 7.5        | 7.0        | 10.5       |
| - 105                           | 17.5       | 22.5       | 26.5       | 39.5       |
| - 200                           | 22.0       | 27.5       | 31.0       | 35.0       |
| I.P. 6%                         | 39.0       | 45.5       | 47.5       | 50.0       |
|                                 | 315 / 98.0 | 320 / 97.2 | 315 / 97.8 | 311 / 96.2 |
| <u>Abschleifer-Vorlegung.</u>   |            |            |            |            |
| - 165                           | 17.3       | 28.0       | 33.0       | 41.3       |
| Wasser 165                      | 82.5       | 71.8       | 66.0       | 58.3       |
| Verlust                         | 0.2        | 0.2        | 0.4        | 0.4        |
| <u>Phenol 165</u>               |            |            |            |            |
| Laber. Dest. 54lx               | L.         | L.         | L.         | L.         |
| nicht stab.                     | D.         | D.         | D.         | D.         |
| spez. Gewicht                   | 0.785      | 0.776      | 0.763      | 0.757      |
| A.P. I                          | +25.6      | +26.9      | 27.7       | +26.8      |
| A.P. II                         | +48.3      | +49.1      | 49.8       | +50.4      |
| Gew.% Arsenaten                 | 25.3       | 25.0       | 25.0       | 26.5       |
| Cu Streifen                     | gut        | gut        | gut        | gut        |
| Dokortest                       | neg.       | post.      | neg.       | neg.       |
|                                 | 0.771      | 0.765      | 0.763      | 0.757      |
|                                 | +27.5      | 28.5       | 27.7       | +26.8      |
|                                 | +49.0      | 48.5       | 49.8       | +50.4      |
|                                 | 24.0       | 23.0       | 25.0       | 26.5       |
|                                 | neg.       | gut        | gut        | gut        |
|                                 | neg.       | neg.       | neg.       | neg.       |

Laber. Dest. 54Lx  
nicht stat.

spez. Gewicht  
A.P.I  
A.P.II  
Gew. Armeten  
in Stufen  
Dektorwert  
Dampfdruck  
Kloßwert No.  
Motor  
Motor + Pb.

Aufschalt. 54Lx  
- 708  
- 100  
L.P. °C/s

Mittelwert -165°  
Laber. Dest. 54Lx

spez. Gewicht  
A.P.I  
Phenole

100 cm<sup>3</sup> Bagler S.B.  
- 180  
- 200  
- 220  
L.P. °C/s

Yarnschiediaumaya  
Kinspritzmenge kg/h  
Kinspritzung /ltr. Kent./h  
Kinspritzmenge cm/h  
Kinspritzmenge/kg Kinspritzg.  
Ofen-Temp. max.  
" " Luftschm.

Yarnschiediaumaya  
Kinspritzmenge kg/h  
Kinspritzung /ltr. Kent./h  
Kinspritzmenge cm/h  
Kinspritzmenge/kg Kinspritzg.  
Ofen-Temp. max.  
" " Luftschm.

0.787  
+ 25.6  
+ 48.3  
+ 25.8  
neg.  
dest.

60  
1.0  
25.0  
175/98.0

D.

L.  
0.939  
- 1.0  
178  
10.0  
61.5  
125/98.9

630  
0.81  
2000  
3.22  
25.5  
25.3

630  
109  
0.142  
162.0

0.783  
21.7  
49.8  
25.0  
neg.

46  
6.5  
36.0  
167/97.0

D.

L.  
0.929  
- 1.0  
174  
10.0  
61.0  
130/98.5

630  
0.82  
2000  
3.18  
24.5  
24.2

615  
203  
0.264  
97.5

0.785  
28.3  
48.3  
25.0  
neg.

37  
8.0  
41.0  
160/95.0

D.

L.  
0.928  
- 1.0  
152  
10.0  
63.0  
117/96.9

630  
0.81  
2000  
3.18  
24.5  
24.2

630  
203  
0.264  
97.5

0.777  
21.7  
49.8  
25.0  
neg.

45  
8.0  
37.0  
160/97.5

D.

L.  
0.926  
- 1.0  
152  
10.0  
63.0  
117/96.9

630  
0.81  
2000  
3.18  
24.5  
24.2

630  
203  
0.264  
97.5

Techn. Prüfstand Oppau

Blatt 1

## Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 N

Verdichtungsverhältnis: 1:6,5

Motornummer: II

Ladelufttemperatur: 130°

Versuchstag:

Zündzeitpunkt: 30° v. o. T.

1. Prüfkraftstoff: 6324 H, Br. 2288

Versuch Nr.: 90

2. Prüfkraftstoff: CV2b-RIM, Br. 2226

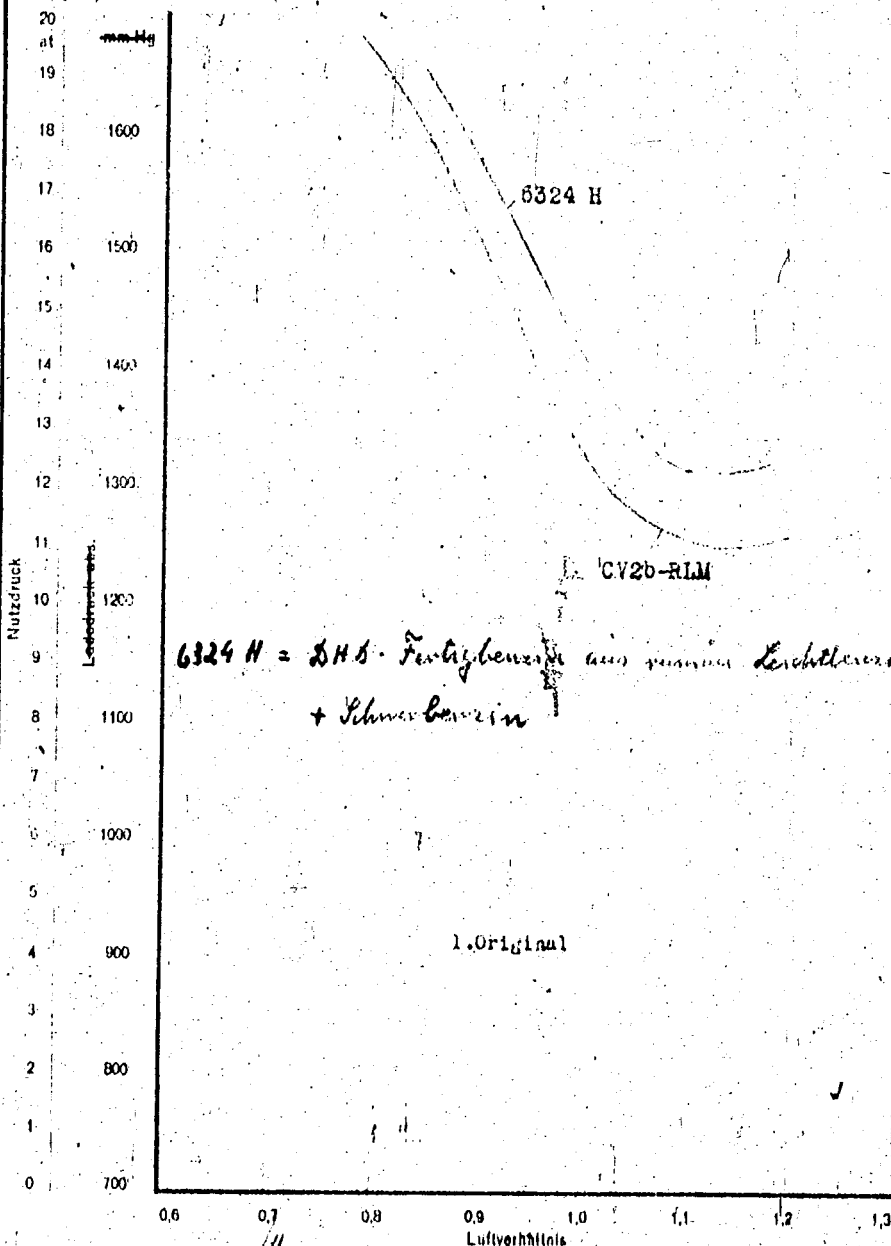
Versuch Nr.: 91

3. Prüfkraftstoff:

Versuch Nr.:

4. Prüfkraftstoff:

Versuch Nr.:

I.O. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Eudwigshafen a. Rh.

zur Kraftstoffprüfung Nr. 259.

Urheberrechtsschutz nach DIN 34 13.3.42

T.Pr.S.1896

Techn. Prüfstand Oppau

Blatt 22

## Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132

Verdichtungsverhältnis: 1:6,5

Motornummer:

Ladelufttemperatur: 150°

Versuchstag: 20.6.1942

Zündzeitpunkt: 30° v. T.

1. Prüfkraftstoff: 6974 H, Br. 2572, Sdg. 42

Versuch Nr.: 537

2. Prüfkraftstoff: GV2b-RIM, Br. 2545

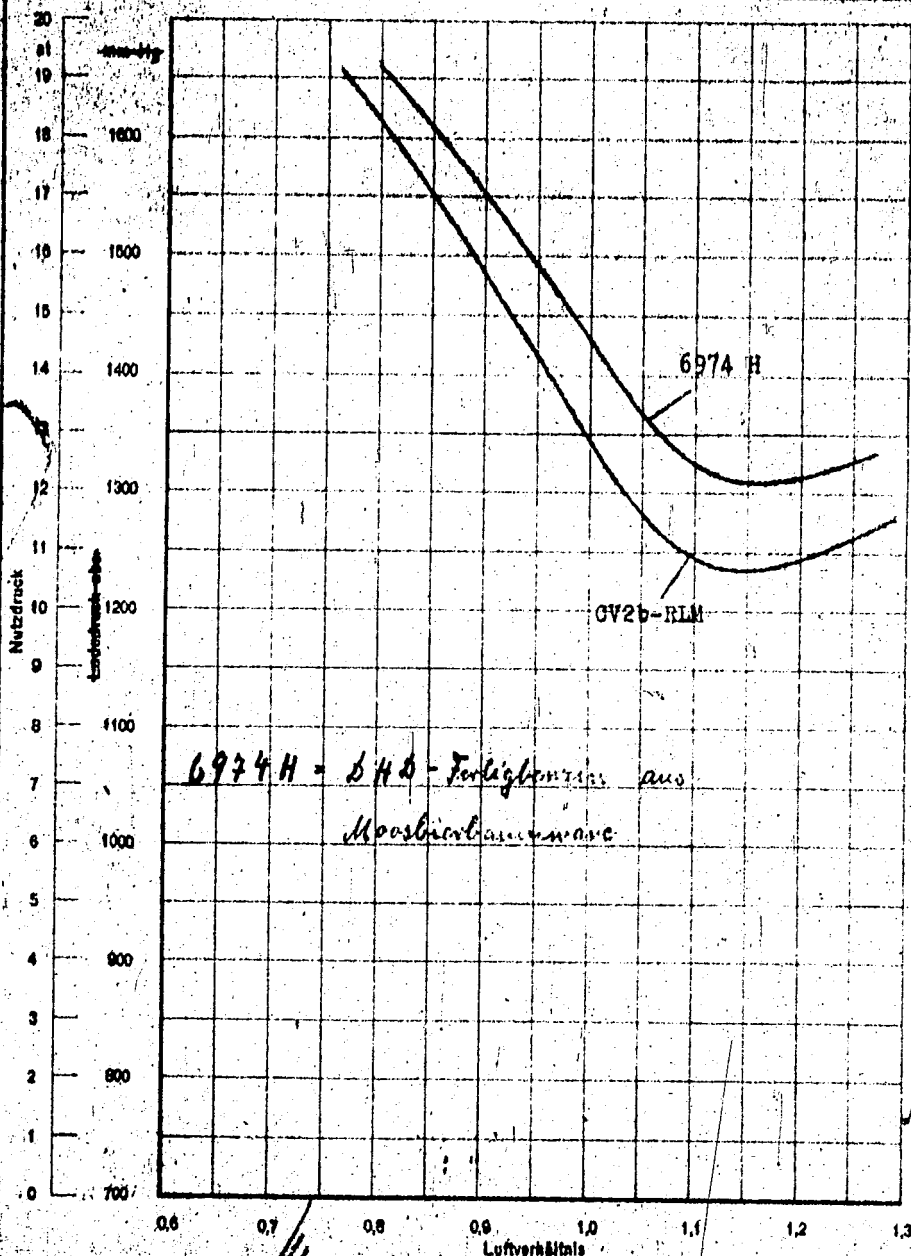
Versuch Nr.: 536

3. Prüfkraftstoff:

Versuch Nr.:

4. Prüfkraftstoff:

Versuch Nr.:

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rh.

zur Kraftstoffprüfung Nr. 267y

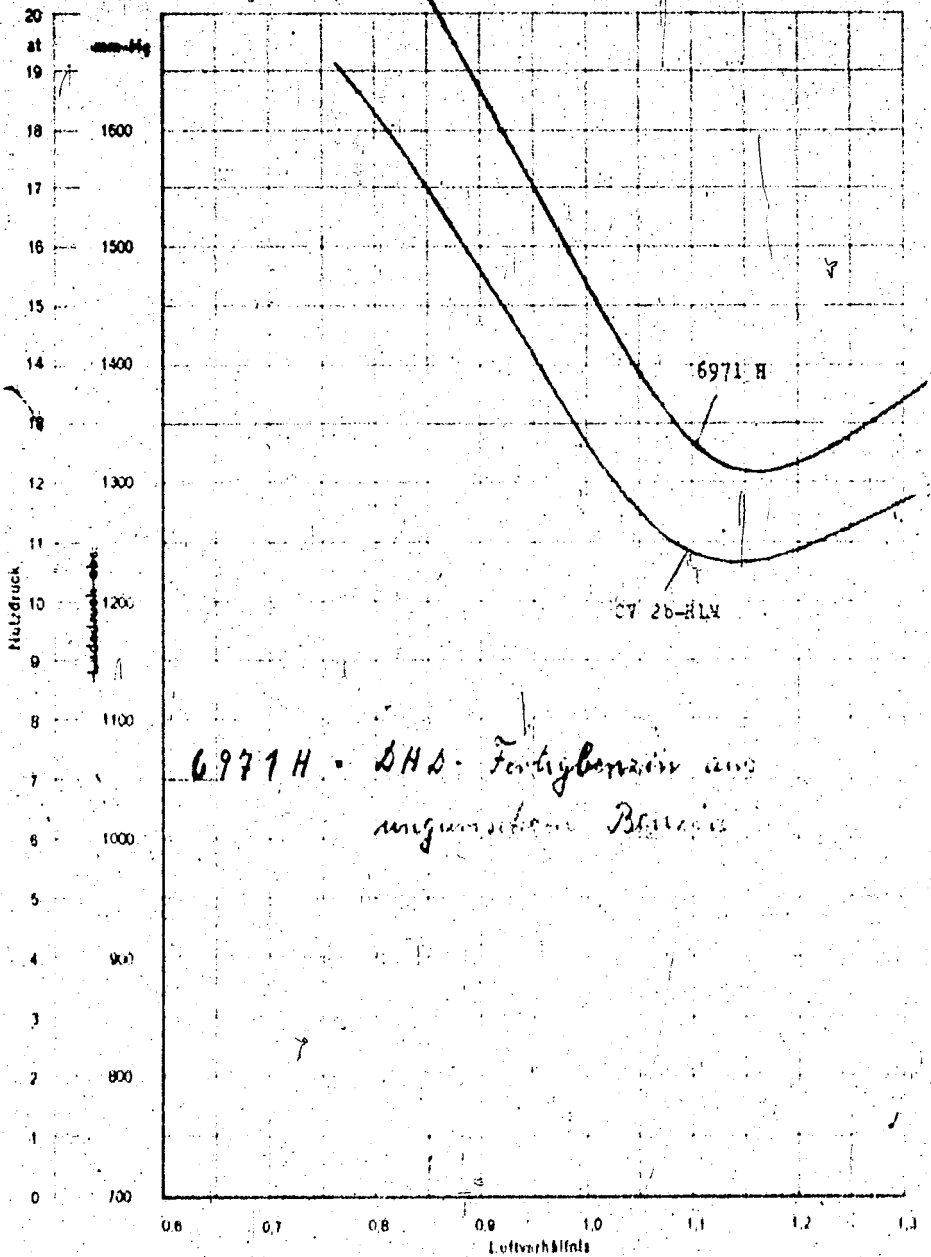
Urheberrechtsschutz nach DIN 24 29.7.42

T.Pr.S. 2285

380

Techn. Prüfstand Oppau

Blatt 3

**Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren**Motormuster: 132 H Verdichtungsverhältnis: 1:6,5Motornummer:                      Ladelufttemperatur: 150°Versuchstag: 18.6.1942. Zündzeitpunkt: 30° v. o. T.1. Prüfkraftstoff: 6971 H, Br. 2567 Versuch Nr.: 5242. Prüfkraftstoff: CV2b-RLM Br. 2545 Versuch Nr.: 5223. Prüfkraftstoff:                      Versuch Nr.:                     4. Prüfkraftstoff:                      Versuch Nr.:                     I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rh.  
Name:                     zur Kraftstoffprüfung Nr. 267 v.  
Ludwigshafen a. Rh. nach DIN 429.7.42

T. Pr. S. 2260

## Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motorleistung: 225 kW

Verdichtungsverhältnis: 14,5

Motordrehzahl: 1500 U/min

Ladelufttemperatur: 120°

Versuchstag: 12.10.1941

Zündzeitpunkt: 30 v. v. T.

1. Probekraftstoff: 7200 H, Br. 2655, PHD 846,55

Versuch Nr.: 35

2. Probekraftstoff: 7210 H, Br. 2654, " " 56

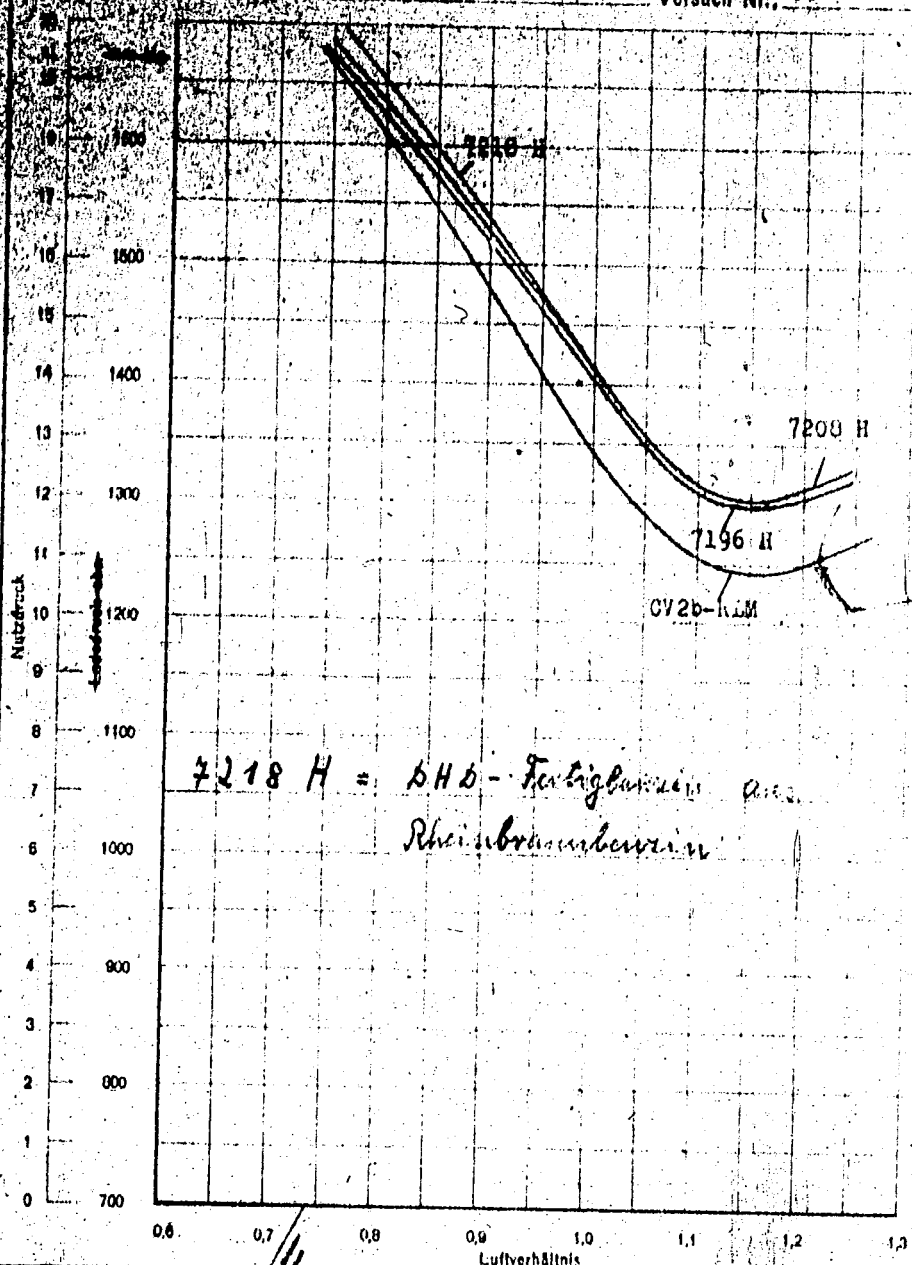
Versuch Nr.: 36

3. Probekraftstoff: 7196 H, Br. 2652, " " 54

Versuch Nr.: 34

4. Probekraftstoff: CV2b-RLM, Br. 2655

Versuch Nr.: 33



7218 H = PHD-Fertigbrennstoff aus  
Rheinsbraunbrenn

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rh.  
Name

zur Kraftstoffprüfung Nr. v.  
Urheberrechtsschutz nach DIN 34

T.Pr.S. 2395

Techn. Prüfstand Oppau

## Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BEV 332 H

Verdichtungsverhältnis: 1: 6,5

Motornummer: III

Ladelufttemperatur: 130°

Versuchsdatum: 18.8.1962

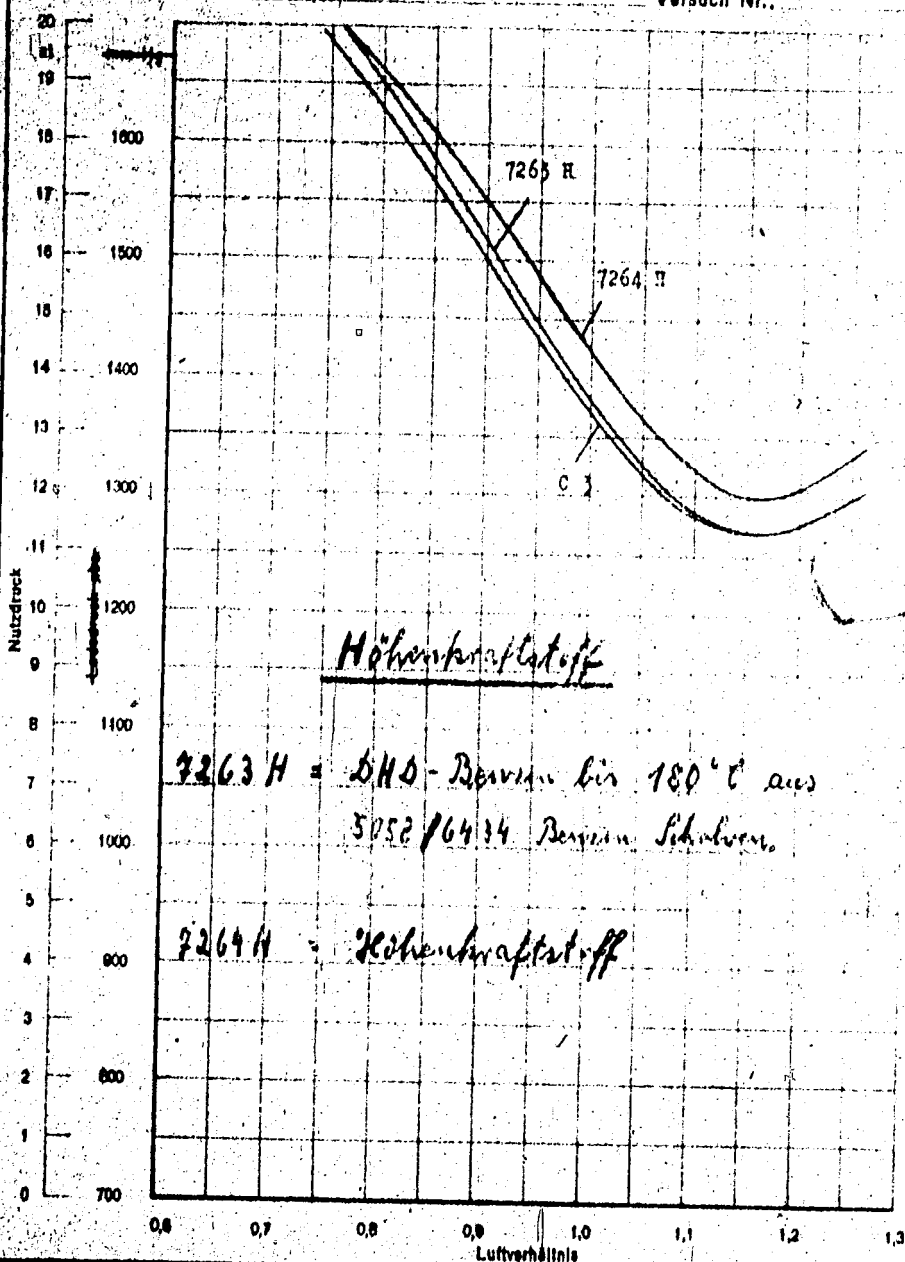
Zündzeitpunkt: 30° v. o. T.

1. Prüfkraftstoff: 7263 H, Br. 2663 Höhenkraftstoff Versuch Nr.: 43

2. Prüfkraftstoff: 7264 H, Br. 2664 " ET 110 80 Versuch Nr.: 44

3. Prüfkraftstoff: Q 3 Versuch Nr.: 42

4. Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rh.zur Kraftstoffprüfung Nr.  
Urheberrechtsschutz nach DIN 24

v.

T.Pr.S. 2412



# TITLE PAGE

8. Einsatz des Tonerde-W-Ni- Vorhydrierungskontaktes  
8376-7846 W 250 für verschiedene Produkte.  
The use of alumina (clay)-W-Ni-preliminary  
hydrogenation catalyst 8376-7846 for various  
products.

Frans Nos. 383 - 394

383

10. September 1942. 6th/Ob.

Einsatz des Tonerde -W-Ni- Vorhydrierungskontaktes 8376  
= 7846 W 250 für verschiedene Produkte.

VI. Teil: Produkte aus Steinkohlen-Schmelzeur.<sup>2)</sup>

## Zusammenfassung:

- I: 1) Steinkohlenschmelzeur-a-Mittelöl wurde bei 250 atm über Kontakt 8376 bei 434 bzw. 373 aufhydriert. Das Öl unterscheidet sich von allen anderen bisher in der Gasphase eingesetzten Steinkohle - produkten durch hohen Gehalt an Sauerstoff (9%) und damit auch an anderen Verbindungen (40%), durch hohe Siedzahl (124) und hohen Anilinschmelzpunkt (+5,5° C). Der Sauerstoffgehalt des Öls ist aber niedriger, als man auf Grund des A.Z. erwarten mußte, sogar niedriger als der von Steinkohle-Verflüssigungsmittelöl mit AP - 17° C.
- 2) Dieser Sonderstellung des Steinkohlenschmelzeur-Mittelöls unter den übrigen Mittelölen aus Steinkohlenprodukten entspricht auch eine Sonderstellung in hydriemäßigen Verhalten.
- 3) Die Verhydrierung ist ausgezeichnet durch:
  - a) hohen prozentualen Benzinschmelz (50%, meist aus O- und N- Verbindungen) sowie hohen Paraffingehalt (18%) und niedrige Oktanzahlen (66/64,5) dieses Benzins.
  - b) Andererseits hohen A.Z. der B-Mittelöle (+61° C bei Durchsatz 0,8 und 12,5 NF, bzw. +50° C bei Durchsatz 1,0 und 19,2 NF) sowie hinsichtlich dieses hohen Anilinschmelzpunkts relativ hohe Oktanzahlen der B-Mittelöle (10,8 bzw. 74,4).
- 4) In der Benzinsierung fällt auf:
  - a) Überraschend gute Benzinsierbarkeiten der B-Mittelöle in Anbetracht der hohen Oktanzahlen derselben.
  - b) Überraschend hohe Oktanzahlen der 6434-Benzine in Anbetracht der hohen Paraffingehalte derselben.

2) vergl. I. Teil: Steinkohleverflüssigung (Scholven) 19 589 1  
II. " : Steinkohleverflüssigung (Lohns) 19 588 1  
III. " : Steinkohlenschmelzeur-Mittelöl 19 615 1  
IV. " : Verflüssigung aus rhein. Braunkohle 20 032 1  
V. " : Mittel-Produkte (mit Einsatz von wenig Steinkohle-Produkten) a. Pölitz 20 0991

-2-

384

- 2 -

- 5) Die durch Mischung von 8376- und 6434-Benzin erhaltenen "Gasphasenbenzine" sind auf Grund des hohen prozentualen Anteils an 8376-Benzin (95%) und der extremen Eigenschaften desselben (19,5-100° C) etwas unterabdestilliert, entsprechen in der O.S. (71/69,5) aber immer noch den Anforderungen an einen 87° Kraftstoff.
- II: 1) Druckschmelzdestillat aus Steinkohlenschmelzeur mit 70% - 330° C, 5% a-Aryl, 0,33% Sauerstoff und 0,06% Asche wurde bei 600 atm über festangewandten Kontakt 8376 hydriert. Das Produkt ist dem Steinkohlenschmelzeur-a-Mittelöl bis auf seinen Gehalt an höhermolekularen Anteilen sehr ähnlich. Im Anfall wurden 92% bis 330° erhalten, die dem 8376-B-Produkt aus dem a-Mittelöl ebenfalls sehr ähnlich sind und sich auch mit praktisch demselben guten Ergebnissen über 6434 verarbeiten lassen.
- 2) Aus dem Anfall der 8376- 600 at -Verarbeitung des Druckschmelzdestillats konnten Dieselöle mit Cetanzahl 45 und Stockpunkt -39 bzw. mit Cetanzahl 48 und Stockpunkt -17° herausgeschnitten werden.

gez. Günther

Vorversuche gelangen mit:

Dr. Fetscher  
• Straßl  
D. Chem. Prof. Finow

Untersuchungen:

Dr. Kuhn  
• Fuchs  
• Meier  
• Schiffmann  
• Wittmann

-3-

**A.) Art der Versuche.**

Wie in diesem Bericht mitgeteilten Versuche wurden mit dem Saer P 1504 (Schließung Gesamtschmelzer nach Kargi-Spülverfahren aus Karsten-Centrum-Kohle von Schlesische Bergwerk- und Hütten-A.G., Borthen) ausgeführt.

**Versuch 1.)** Der Gesamtteer wurde durch Destillation zerlegt in

5,8 % a-Benzin bis 200°C  
32,4 % a-Mittelöl 200-325°C  
61,8 % Rückstand über 325°C.

Das Mittelöl wurde im 200 ccm-Ofen bei 250 at H<sub>2</sub>-Druck über Kontakt 8376 - 7846 w 250 aufhydriert. Bei 22,5 MV und Durchsatz 0,8 bzw. bei 19,2 MV und Durchsatz 1,0 wurden B-Mittelöle mit den A.P. 61 bzw. 50 erhalten. Die B-Mittelöle wurden über Kontakt 6434 benziniert.

**Versuch 2.)** Aus dem benzinfreien Gesamtteer P 1504 wurde durch Druck-Schmeldestillation von Dr. Pfirrmann ein Produkt erhalten, das zum größten Teil im Mittelölbereich siedet (5% - 200°C 68% - 350°C), aber immer noch 0,35 % Festes, 0,06 % Asche und 4,9 % s-Asphalt enthält. Das Produkt wurde bei 600 at über fest-angeordneten Kontakt 8376 zuerst auf A.P. 59, später auf A.P. 54 aufhydriert. Die Anfallprodukte beider Perioden wurden auf Dieselöl untersucht. Die Mittelöle aus beiden Perioden wurden gemischt und benziniert.

**B.) Beschreibung der Versuche mit P 1504-a-Mittelöl.****1.) Vorhydrierungen über Kontakt 8376.**

Das Produkt (vgl. Tabelle I, Spalte 1) wurde zuerst unter den auch für sonstige Steinkohlenprodukte üblichen Bedingungen (22,5 MV - 434°C, 250 at, Durchsatz 0,8) im 200 ccm-Ofen (Ofen 20 v. 16.-26.4.42, Blatt 4585 b) vorhydriert. Die Hydrierung ging viel weiter, als auf Grund des an sich schon hohen A.P. (+ 5,5°C) zu erwarten gewesen wäre. Der Gesamtanfall hatte A.P. 55 (Benzin mit A.P. 44 und Mittelöl mit A.P. 61 !). Die Phenol-Raffination war sehr gut, die N-Raffination mit Benzanzahl 10,7 auch noch gut. Das entsprechend dem hohen Gehalt an sauren Ölen mit 30 % anfallende Benzin hatte gegenüber 8376-Benzin aus Steinkohlen-hochtemperaturteer- bzw. Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl einen wesentlich höheren Paraffingehalt und auch um ca. 5 Punkte niedrigere Oktanzahlen (mit und ohne Blei). Der Versuch verlief ohne Abklingen.

Nach dieser sechztägigen Periode wurde der Durchsatz auf 1,0 erhöht und die Temperatur soweit gesenkt, daß im Mittelöl A.P. 50°C erhalten wurde (dieser A.P. war eigentlich auf Grund des A.P. des Ausgangsproduktes für 22,5 MV/Da 0,8 erwartet worden). Hierzu war etwa eine Temperatur von 19,2 MV - 377°C nötig (Ofen 20, 30.4. - 11.5.42). Der Kontakt ist in seiner Hydrierwirkung in diesem Temperaturgebiet sehr temperaturempfindlich; z.B. be-

trug bei 19 MV der A.P. des B-Mittelöls 44, bei 19,5 MV 32,500. Trotz guter Temperaturlage des Ofens setzt sich deshalb das in dieser zweiten Periode gesammelte Produkt mit A.P. os. 47 aus Chargen mit Anilinpunkten von 43 bis 51 zusammen. Phenol- und N-Raffinationen waren mit 2 % bzw. Basenzahl 74 nach den bisherigen Erfahrungen bei weitem nicht mehr ausreichend. Wie sich jedoch im anschließenden Benzinierversuch zeigte, war die Benziniierbarkeit dieses B-Mittelöls noch als ausreichend anzusprechen. Dies ist eine Ausnahme von der Beziehung zwischen der Benziniierbarkeit eines Mittelöls und seiner Basenzahl, die bisher nur bei Braunkohlenschwelter beobachtet wurde. Auch in dieser Periode wurde kein Kontaktabklingen festgestellt. Die Vergasung war in beiden Perioden mit os. 1 % auf eingesetztes Produkt normal.

Anschließend wurde der Kontakt noch bei 22,5 MV mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven bei Durchsatz 0,8 auf seine Hydrieraktivität geprüft. Diese war (B-Mittelöl-A.P. 48) ebenso gut wie beim Frischkontakt, was besagt, daß das Steinkohleschwelter-Mittelöl selbst bei Durchsatz 1,0 und tiefer Temperatur den 8376 nicht schädigt.

Die Ergebnisse dieser beiden Vorhydrierungen befinden sich in einzelnen, verglichen mit einem älteren Versuch mit Steinkohlehochoberflächentemperatur-A-Mittelöl, auf Tabelle II, Spalte 1 + 2.

## 2.) Benziniierungen der 8376-B-Mittelöle aus P 1504-a-Mittelöl.

Die beiden B-Mittelöle wurden bei 230 at mit Durchsatz 1,5 über Kontakt 6434 in 50 cm-Ofen benziniert (Ofen 12, Blatt 4629) und Ofen 6, Blatt 4644). Aus den B-Mittelölen mit A.P. 61 bzw. 50 wurden bei 19,5 MV bzw. 20,5 MV 63 bzw. 53 % Benzin mit Endpunkt 150°C im Abstreifer erhalten, was Benziniierbarkeiten 1) von 65 (hervorragend) bzw. 37 (genügend) entspricht. Die Vergasungen waren mit 22,5 bzw. 20 % normal. Die Benzine waren in ihrer Zusammensetzung (Siedekurve, Zusammensetzung und O.Z.) etwas besser als 6434-Benzine aus Braunkohleverflüssigungs-B-Mittelöl und etwas schlechter als 6434-Benzine aus Steinkohleverflüssigungs-B-Mittelöl.

Bei den Mischungen mit den zugehörigen Anteilen der 8376-Benzine zeigte sich, daß infolge des unterschiedlichen Verhaltens der Vorhydrierbenzine und des relativ hohen Anteils derselben in den Mischungen diese in ihrem Siedeverhalten auch nicht mehr ganz den Anforderungen an einen 87er-Kraftstoff entsprechen (nur 48 bzw. 44 % - 100°C siedende Anteile anstatt 50). Das Benzin hätte also in Vorhydrierung und 6434-Stufe um 5-10° tiefer abgeschnitten werden müssen, wobei wahrscheinlich Oktanzahlen von 72 (Motor) und 90-91 (mit 0,12 % Blei) erreicht worden wären.

1) Vgl. Bericht 20 441 über „Benziniierbarkeit von Olen“.

Die Ergebnisse der 6434-Versuche befinden sich auf Tabelle III, Spalten 1 und 2, die Eigenschaften der Gesamtgasphasebensine auf Tabelle IV, Spalten 1 und 2.

**G. Beschreibung der Versuche mit dem P 1504-Druckschweldestillat.**

**1.) Hydrierung des Produktes über Kontakt 8376 bei 600 at.**

Das Produkt (Tabelle I, Spalte 2) besteht zu 68 % aus Mittelöl bis 350°C von vermutlich ähnlichen Eigenschaften wie das P 1504-a-Mittelöl. Der Gehalt von 32 % Schweröl bedingt noch beträchtliche Festes-, Asche- und s-Asphalt-Gehalte im Gesamtprodukt. Das Produkt wurde im 200 ccm-Ofen (Ofen 322 v. 17.-28.5.42, Blatt 4626a) bei 600 at und von 425-450°C ansteigender Temperatur zuerst mit Durchsatz 0,6, später 1,0 verarbeitet. Hierbei trat eine beträchtliche Umwandlung zu niedriger siedendem Öl (besonders durch Reduktion von O- und N-Verbindungen und durch Aromatenhydrierung, weniger durch Spaltung) ein. Der Anfall enthielt ca. 92 % - 350°C, Phenol- und N-Raffination waren bei Durchsatz 0,6 sehr gut (0,03 % Phenole, Basenzahl 4,9 mg/l), bei Durchsatz 1,0 wohl auch noch genügend. In der Mischung der Anfallprodukte aus den Perioden mit Durchsatz 0,6 und 1,0 (mittlerer Durchsatz 0,87) wurde Phenolgehalt 0,12 % und Basenzahl 20,8 mg/l bestimmt. Aus dem Anfallprodukt wurden ferner 2 Dieselöle mit Siedebeginn 190°C bzw. 192 und 99% - 345°C bzw. 94 % - 350°C siedenden Anteilen herausgeschnitten. Das niedriger abgeschnittene Dieselöl hat gute Cetanzahl (45) und Stockpunkt (-39°C). Das höhere Abschneiden bewirkt eine weitere Verbesserung der Cetanzahl (48), aber auch schon einrecht beträchtliches Ansteigen des Stockpunktes (-17°C). Weiter Einzelheiten vgl. Tabelle V. Sowohl bei Durchsatz 0,6 als auch bei 1,0 wurde kein Abklingen der Kontaktaktivität festgestellt. Die Vergasung war mit über 5 % auf eingesetztes Produkt ziemlich hoch. Weitere Einzelheiten vgl. Tabelle II, Spalte 3.

**2.) Bessinerung des B-Mittelöls aus dem Druckschweldestillat.**

Der Abstreifer von dem 8376-Versuch wurde zerlegt in ca. 18% Bessin -150°C, 72% Mittelöl 150-325°C und 10% Rückstand. Das Mittelöl mit A.P. 55 wurde im 50 ccm-Ofen (Ofen 10, Blatt 4672) bei 250 at über 6434 gespalten. Die Ergebnisse brachten nach den Versuchen mit den B-Mittelölen aus dem P 1504-a-Mittelöl mit den A.P. 61 und 50 keinerlei Überraschungen und lagen so, wie es auf Grund des A.P. erwartet werden konnte. Das Gesamtgasphasebensin war hierbei eben noch siedegerecht und hatte die O.Z. Motor 71, mit 0,12 % Blei 89,5, war also ein typgerechter 87er-Kraftstoff. Weitere Einzelheiten über die Ergebnisse befinden sich auf der Tabelle III und IV, jeweils Spalte 3.

## D.) Diskussion der Tabellen I bis IV.

Das Steinkohlenschweltermittelöl unterscheidet sich von Steinkohlenhohtemperaturteermittelöl, Pechverflüssigungsmittelöl und Steinkohleverflüssigungsmittelöl besonders durch hohen Anilinpunkt, hohe Jodzahl und hohen Gehalt an sauren Bestandteilen und dementsprechend auch an Sauerstoff. Der absolute oder auf 100 O berechnete oder dispoible Wasserstoffgehalt ist aber bei weitem nicht so hoch, wie er auf Grund des Anilinpunktes zu erwarten wäre, sondern sogar niedriger als bei Steinkohleverflüssigung.

| Mittelöl                  | Steinkohlenhohtemperaturteermittelöl | Pech-Verflüssigungsmittelöl | Steinkohleverflüssigungsmittelöl | Steinkohlenschweltermittelöl |
|---------------------------|--------------------------------------|-----------------------------|----------------------------------|------------------------------|
| Anilinpunkt               | - 35                                 | - 43                        | - 17                             | + 5,5                        |
| Jodzahl                   | 47                                   | --                          | 40                               | 124                          |
| \$ O                      | 89,52                                | 89,28                       | 86,76                            | 81,17                        |
| \$ H                      | 7,57                                 | 8,74                        | 9,72                             | 9,17                         |
| \$ O                      | 1,99                                 | 1,39                        | 2,76                             | 8,99                         |
| \$ H                      | 0,59                                 | 0,40                        | 0,67                             | 0,53                         |
| \$ S                      | 0,33                                 | 0,19                        | 0,09                             | 0,14                         |
| \$ H/100 C                | 8,46                                 | 9,79                        | 11,20                            | 11,30                        |
| \$ H disp./1000           | 8,02                                 | 9,49                        | 10,63                            | 9,77                         |
| Gehalt an sauren Anteilen | 7,6                                  | 5,0                         | 18,0                             | 40,0                         |

Dieser Sonderstellung unter den Steinkohleprodukten im analytischen Verhalten entspricht auch eine Sonderstellung im hydrier-mäßigen Verhalten, wie der jeweilige Vergleich mit Steinkohlenhohtemperaturteermittelöl auf den Tabelle II bis IV anschaulich machen soll.

In der Vorhydrierung (Tabelle II) fällt gegenüber anderen Steinkohleprodukten besonders auf:

- 1.) Die große Benzinsbildung (war auf Grund des hohen Phenolgehaltes vorauszusagen.)
- 2.) Der relativ hohe Paraffingehalt und (dadurch bedingt) die niedrigen Oktanzahlen des Vorhydrierbensins.
- 3.) Der außerordentlich hohe A.P. des B-Mittelöls bei weitgehender Hydrierung.
- 4.) Die im Hinblick auf den hohen Anilinpunkt 61 ziemlich hohe Bzanzahl 10,7 mg/l. Diese könnte evtl. durch den hohen Sauerstoffgehalt des Ausgangsproduktes beeinträchtigt sein. Parallelen dazu sind schon aus älteren Versuchen mit Braunkohlen-B-Mittelöl und mit dem sauren Anteilen aus Schwelöl.

-7-

Steinkohleverflüssigung bekannt.

Bei der Benzinsierung der B-Mittelöle (Tabelle III) fällt auf:

- 5.) die guten Benzinsierbarkeiten (47 bzw. 37) der Produkte mit den A.P./Bzanzahlen 55/20,8 und 50/70,4 (Spalten 3 und 2).
- 6.) Die hohen Oktanzahlen der Benzine in Anbetracht deren Zusammensetzung (mehr Paraffine als Naphthene + Aromaten).

Für die Punkte 5 und 6 liegen ebenfalls schon ähnliche Erfahrungen bei der Verarbeitung von Braunkohlenschwelter vor.

Die Ergebnisse auf Tabelle IV setzen sich aus den Ergebnissen der Tabellen II und III zusammen und brauchen deshalb nicht gesondert diskutiert zu werden.

Tabelle I.

Produkte aus Steinkohlenschwefel P 1504.

| Spalte                     | 1                                         | 2                                                | 3                                                            |
|----------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|
| Produkt                    | P 1504 a-M'Öl<br>-325°<br>redest. 14.4.42 | Druckschwel-<br>destillat aus<br>P 1504 v.6.5.42 | Stk.-Hochtempe-<br>raturteer-a-<br>Mittelöl<br>zum Vergleich |
| spez. Gewicht / 20°C       | 0,987                                     | 1,028                                            | 1,017                                                        |
| Anilinpunkt (°C)           | 5,5                                       | 7,5 (-3500)                                      | -35                                                          |
| Siedebeginn (°C)           | 202                                       | 95                                               | 195                                                          |
| % - 200°C                  | —                                         | —                                                | —                                                            |
| - 225°                     | 14                                        | 15                                               | 21                                                           |
| - 250°                     | 42                                        | 29                                               | 54                                                           |
| - 275°                     | 62                                        | 40                                               | 71                                                           |
| - 300°                     | 81                                        | 51                                               | 82                                                           |
| - 325°                     | 95                                        | 60                                               | 99                                                           |
| - 350°                     | —                                         | 68                                               | —                                                            |
| Siedende (°C)              | 343/99                                    | nicht weiter<br>destilliert                      | 325/99                                                       |
| Jodzahl                    | 124                                       | —                                                | 47                                                           |
| Phenolgehalt %             | 40                                        | 34                                               | 7,6                                                          |
| Elementaranalyse:          | (1718)                                    | —                                                | (3529)                                                       |
| % C                        | 81,17                                     | —                                                | 89,52                                                        |
| H                          | 9,17                                      | —                                                | 7,57                                                         |
| O                          | 8,99                                      | —                                                | 1,99                                                         |
| N                          | 0,53                                      | —                                                | 0,59                                                         |
| S                          | 0,14                                      | —                                                | 0,33                                                         |
| % H / 100 C                | 11,30                                     | —                                                | 8,46                                                         |
| % H disp./100 C            | 9,77                                      | —                                                | 8,02                                                         |
| % Festes                   | —                                         | 0,35                                             | —                                                            |
| % Asche                    | —                                         | 0,06                                             | —                                                            |
| % s-Asphalt                | —                                         | 4,9                                              | —                                                            |
| gefahren in Ofen No./Blatt | 20/4585 b                                 | 322/ 4626a                                       | 15/ 4269 b<br>vgl. Bericht<br>19 615 1                       |



Tabelle II.

Versuche mit Steinkohleschmelzerprodukten und Kontakt 8376.

| Spalte                              | 1                             | 2                             | 3                                                    | 4                                                                       |
|-------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|
| Produkt                             | P 1504<br>a-Mittelöl<br>-3250 | P 1504<br>a-Mittelöl<br>-3250 | P 1504 Druck-<br>schmelzestil-<br>lat                | Zur Vergleich<br>Steinkohlen-<br>hochtempera-<br>turteer-a-<br>Mittelöl |
| Druck at                            | 250                           | 250                           | 600                                                  | 250                                                                     |
| Durchsatz kg/l/h                    | 0,8                           | 1,0                           | 0,87                                                 | 0,8                                                                     |
| Temperatur $^{\circ}\text{C}$       | 22,5/434                      | 19,2/377                      | 22-23,5/<br>425-450                                  | 22,5/434                                                                |
| Anfall: spez. Gew./AP               | 0,808                         | 0,834                         | 0,832                                                | 0,860                                                                   |
| Vergasung/Einspritzg.               | 1,9 %                         | 0,7 %                         | ca. 7,0 %                                            | 1,0 %                                                                   |
| Siedebeginn                         | 105                           | 105                           | 105                                                  | 112                                                                     |
| % - 150                             | 22                            | 19                            | 17                                                   | 9                                                                       |
| - 180                               | 40                            | 33                            | 32                                                   | 22                                                                      |
| - 225                               | 65                            | 55                            | 53                                                   | 69                                                                      |
| - 300                               | 94                            | 91                            | 85                                                   | 92                                                                      |
| - 325                               | ---                           | 97                            | 90                                                   | ---                                                                     |
| - 350                               | ---                           | ---                           | 93                                                   | ---                                                                     |
| - 350                               | ---                           | ---                           | ---                                                  | ---                                                                     |
| Siedende $^{\circ}\text{C}/\%$      | 315 / 99                      | 335 / 98                      | 358 / 95                                             | 307 / 98                                                                |
| Benzin - 180 $^{\circ}$ : %         | 29,6                          | 26,2                          | 20,0 <sup>1)</sup>                                   | 13,8                                                                    |
| spez. Gew.                          | 0,764                         | 0,770                         | 0,767                                                | 0,762                                                                   |
| AP I/II                             | 44/46                         | 39/44                         | 43/45                                                | 36/40                                                                   |
| S.B.                                | 87                            | 88                            | 83                                                   | 64                                                                      |
| % - 100                             | 15                            | 15                            | 19                                                   | 44                                                                      |
| S.B.                                | 155 / 98                      | 146 / 98                      | 153 / 99                                             | 157 / 99                                                                |
| % Paraffine                         | 18                            | 13                            | 17                                                   | 0                                                                       |
| % Naphthene                         | 78                            | 79                            | 80                                                   | 94                                                                      |
| % Aromaten                          | 3                             | 7                             | 2                                                    | 3                                                                       |
| % Ungesättigte                      | 1                             | 1                             | 1                                                    | 1                                                                       |
| OK Motor/0,12 Bl.                   | 66 / 84,5                     | 69 / 88,5                     | 67 / 85                                              | 71,5                                                                    |
| Mittelöl >150 $^{\circ}$ ; %        | 70,4                          | 73,8                          | 80,0 <sup>1)</sup>                                   | 86,2                                                                    |
| spez. Gew.                          | 0,830                         | 0,832                         | 0,844                                                | 0,870                                                                   |
| A.P.                                | 61                            | 50                            | 55                                                   | 40                                                                      |
| S.B.                                | 175                           | 159                           | 160                                                  | 160                                                                     |
| % - 225                             | 55                            | 45                            | 42                                                   | 63                                                                      |
| S.B.                                | 322 / 99                      | 336 / 99                      | 320 / 98                                             | 293 / 99                                                                |
| Phenolgehalt %                      | 0,04                          | 2,00                          | 0,12                                                 | 0,02                                                                    |
| Stickstoffgehalt %                  | 0,006                         | 0,013                         | ---                                                  | 0,006                                                                   |
| Basenzahl mg $\text{NH}_3/\text{l}$ | 10,7                          | 74,4                          | 20,8                                                 | unter 3,0                                                               |
| Ofen/Datum (1942)                   | 20/17.-26.4.                  | 20/30.4.-11.5.                | 328/17.-28.5.                                        | 15/Sept.41                                                              |
| Blatt                               | 4585 b                        | 4585 b                        | 4626 a                                               | 4269 b                                                                  |
| Betriebszeit (Tage)                 | 7 - 17                        | 11 - 22                       | 8 - 19                                               | 30 - 40                                                                 |
|                                     |                               |                               | 1) in Sammel-<br>prod.<br>180-330 $^{\circ}\text{C}$ | Vgl. Bericht<br>19 6151                                                 |



Tabelle III.

**Benzinierungen von Vorhydrierprodukten aus Steinkohlenschwefel  
über 6434.**

| Spalte                                                              | 1                                                   | 2                                         | 3                                                                     | 4                                                                                         |
|---------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|-------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|
| Produkte<br>(vgl. hierzu Tab. II,<br>Abschnitt Mittel-<br>öl >150°) | P 1504/8576-<br>B-Mittelöl<br>mit A.P. 61           | P 1504/8576-<br>B-Mittelöl<br>mit A.P. 50 | B-Mittelöl<br>aus P 1504-<br>Druckschwel-<br>destillat<br>mit A.P. 55 | B-Mittelöl<br>aus Steinkoh-<br>lenhochtempe-<br>raturteer mit<br>A.P. 40<br>zum Vergleich |
| Kontakt                                                             | 6434                                                | 6434                                      | 6434                                                                  | 6434                                                                                      |
| Druck                                                               | 250                                                 | 250                                       | 250                                                                   | 250                                                                                       |
| Temperatur                                                          | 19,5/382                                            | 20,5/400                                  | 20,0/392                                                              | 20,5 / 397                                                                                |
| Durchsatz                                                           | 1,5                                                 | 1,5                                       | 1,5                                                                   | 1,5                                                                                       |
| spez. Gew. Abstreifer                                               | 0,738                                               | 0,760                                     | 0,761                                                                 | 0,762                                                                                     |
| Benzinkons. -150 un-<br>stab.                                       | 65                                                  | 53                                        | 56                                                                    | 53                                                                                        |
| Benz.-Kons. -150°<br>stab.                                          | 60                                                  | 46                                        | 53                                                                    | 49                                                                                        |
| Benz.-Leistg. -150°<br>stab.                                        | 0,82                                                | 0,60                                      | 0,71                                                                  | 0,66                                                                                      |
| Vergasung/stab.<br>B1 + V.                                          | 22,6                                                | 20,0                                      | 20,3                                                                  | 18,3                                                                                      |
| Benzin: spez. Gew.                                                  | 0,720                                               | 0,730                                     | 0,726                                                                 | 0,730                                                                                     |
| A.P. I/II                                                           | 56/57                                               | 52/56                                     | 53/54                                                                 | 50/51                                                                                     |
| S.B.                                                                | 48                                                  | 53                                        | 55                                                                    | 52                                                                                        |
| % - 70°                                                             | 14                                                  | 8                                         | 9                                                                     | 14                                                                                        |
| -100°                                                               | 60                                                  | 52                                        | 56                                                                    | 56                                                                                        |
| -150°                                                               | 98                                                  | --                                        | 97                                                                    | 96                                                                                        |
| I.P.                                                                | 132/99                                              | 144/99                                    | 133/99                                                                | 136/99                                                                                    |
| % Paraffine                                                         | 53                                                  | 51                                        | 46                                                                    | 33                                                                                        |
| % Naphthene                                                         | 45                                                  | 43                                        | 51                                                                    | 63                                                                                        |
| % Aromaten                                                          | 1                                                   | 6                                         | 2                                                                     | 1                                                                                         |
| % Ungesättigte                                                      | 1                                                   | 0                                         | X                                                                     | 1                                                                                         |
| 02 Meter/+ 0,12 Bl.                                                 | 73,0/91,5                                           | 71,5/92,5                                 | 73,5/92,5                                                             | 74,5/91,0                                                                                 |
| G-Mittelöl: spez. Gew.                                              | 0,810                                               | 0,816                                     | 0,815                                                                 | 0,850                                                                                     |
| A.P.                                                                | 61                                                  | 51                                        | 55                                                                    | 44                                                                                        |
| Siedende                                                            | 289/99                                              | 252/99                                    | 277/99                                                                | 287/99                                                                                    |
| Ofen/Datum 1942                                                     | 12 / 13.5.                                          | 6 / 25.5.                                 | 10 / 06                                                               | 5/24.10.41                                                                                |
| Betriebsstunden                                                     | 190                                                 | 260                                       | 215                                                                   | 260                                                                                       |
| Ofenblatt                                                           | 4629                                                | 4644                                      | 4672                                                                  | 4318                                                                                      |
| Bemerkungen                                                         | niedlich kur-<br>zer Versuch<br>ohne Abkling-<br>en | ohne Ab-<br>klingen                       | kurzer Ver-<br>such ohne<br>Abklingen                                 | ohne Ab-<br>klingen<br>vgl. Bericht<br>19 615 1                                           |
| Benzinierbarkeit<br>des B-Mittelöls                                 | 65                                                  | 37                                        | 47                                                                    | 40                                                                                        |

Tabelle IV.

8376/6434-Geschw.-Benzine aus Steinkohlenschwelterprodukten.

| Spalte                                            | 1                        | 2                        | 3                                      | 4                                                                        |
|---------------------------------------------------|--------------------------|--------------------------|----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|
| Ausgangsprodukt                                   | P 1504 a-M'01<br>- 325°0 | P 1504 a-M'01<br>- 325°0 | P 1504 Druck-<br>schwelderstil-<br>lat | A-Mittelöl<br>aus Steinkoh-<br>lehohtempe-<br>raturteer<br>zum Vergleich |
| A.P. des 8376-B-<br>Mittelöls                     | 61                       | 50                       | 55                                     | 40                                                                       |
| Mischungsverhältnis<br>8376-Benzin<br>6434-Benzin | 35<br>65                 | 30<br>70                 | 24<br>76                               | 17<br>83                                                                 |
| Gesamtbenzin:<br>Ausbeute auf<br>Ausgangsprodukt: |                          |                          |                                        |                                                                          |
| spez. Gewicht                                     | 0,725                    | 0,760                    | 0,736                                  | 0,737                                                                    |
| A.P. I/II                                         | 52/52                    | 48/52                    | 51/52                                  | 47/50                                                                    |
| S.B.                                              | 45                       | 56                       | 54                                     | 58                                                                       |
| % - 70°0                                          | 6                        | 3                        | 4                                      | 9                                                                        |
| - 100°0                                           | 48                       | 44                       | 50                                     | 57                                                                       |
| - 150°0                                           | 97                       | —                        | 97                                     | 98                                                                       |
| S.B.                                              | 152 / 98                 | 145 / 98                 | 152 / 98                               | 157 / 98                                                                 |
| % Paraffine                                       | 40                       | 38                       | 38                                     | 32                                                                       |
| % Naphthene                                       | 58                       | 55                       | 60                                     | 64                                                                       |
| % Aromaten                                        | 1                        | 6                        | 4                                      | 1                                                                        |
| % Ungesättigte                                    | 1                        | 1                        | 1                                      | 1                                                                        |
| Jodzahl                                           | 0,4                      | 1,8                      | 2,9                                    | 0,1                                                                      |
| OZ Motor                                          | 70,5                     | 71,0                     | 71,0                                   | 73,5                                                                     |
| Motor + 0,12 Bl.                                  | 89,0                     | 90,0                     | 89,5                                   | 91,0                                                                     |

Tabelle V.

Dieselöle aus der Verarbeitung von P 1504-Druckschwelderstillat.  
bei 600 at über Kontakt 8376.

| Spalte                                | 1                 | 2                 |
|---------------------------------------|-------------------|-------------------|
| Durchsatz<br>Temperatur               | 0,6<br>425 - 450  | 1,0<br>425 - 450  |
| spez. Gewicht Anfall                  | 0,832             | 0,832             |
| Fraktion aus Anfall<br>- % vom Anfall | 180 - 330<br>72,3 | über 180°<br>68,9 |
| spez. Gewicht                         | 0,861             | 0,864             |
| Anilinpunkt                           | 58,5              | 58,5              |
| Siedebeginn                           | 190               | 192               |
| % - 225°0                             | 27                | 20                |
| % - 275°0                             | 73                | 61                |
| % - 325°0                             | 96                | 86                |
| % - 350°0                             | —                 | 94                |
| Siedende                              | 343 / 99          | 350 / 94          |
| Stockpunkt °0                         | -39               | -17               |
| Viskosität °E/°0                      | 1,30 / 20         | 1,34 / 20         |
| Cetanzahl                             | 45                | 48                |
| Ofen / Blatt                          | 322 / 4626a       | 322 / 4626 a      |

GENERAL SUBJECT

STUDY OF THE HYDROLYSIS  
OF  
STILBEN CARB. 1197

Source of Documents: Grigshoin J. A. Central  
Library

Folder No: 315/III-B-5

Filed by: JICA

Date:

TITLE PAGE

STUDY OF THE HYDROGENATION  
OF  
SILESIAN COAL K 1197

TITLE PAGE

Inhaltsverzeichnis  
Contents

Frame Nos. 395 - 398

# Inhaltsverzeichnis

## I. Teil

|                                                                             | Seite |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------|
| Zusammenfassung                                                             | 1     |
| Einführung                                                                  | 2     |
| Die Verarbeitung von Steinkohle auf Benzol, Mittelöl und Schweröl           | 3     |
| I. Die Verarbeitung auf hohen Schwerölüberschuß                             | 6     |
| a. Der Einfluß des Durchsatzes bei entsprechender Temperatur                | 6     |
| b. Der Einfluß der Temperatur bei niedrigen Durchsatz                       | 13    |
| II. Die Verarbeitung auf verminderten Schwerölüberschuß                     | 14    |
| III. Zur Frage der Prüfung einer Kohle auf ihre Hydrierbarkeit              | 17    |
| IV. Die Hydrierbarkeit der oberschlesischen Kohle der Reinitagruhe          | 19    |
| V. Besondere Probleme der Verarbeitung von Steinkohle auf Schwerölüberschuß | 21    |
| 1. Der Einfluß der Gasmenge                                                 | 21    |
| 2. Der Einfluß der Abscheider-Temperatur                                    | 22    |
| 3. Kontaktschicht                                                           | 25    |
| a. Schmelzung der Bayersmasse                                               | 25    |
| b. Schwefelwasserstoffangabe                                                | 26    |
| c. Chlorangabe                                                              | 27    |
| VI. Qualität der Anfallprodukte                                             | 29    |
| VII. Schmelzung des Schlundrückstandes                                      | 29    |

## II. Teil

|                   |        |
|-------------------|--------|
| Versuchsverlauf   | 30     |
| Versuchsanordnung | 34     |
| Tabellen          | 35 ff. |

## Tabellen-Verzeichnis:

|           |     |                                                |
|-----------|-----|------------------------------------------------|
| Tabelle 1 | a-f | Bilanzen                                       |
| 2         |     | Eigenschaften der Kohle                        |
| 3         | a-e | Benzoluntersuchungen                           |
| 4         | a-e | Untersuchungen von Benzol-Fractionen           |
| 5         |     | Mittelöl-Untersuchungen                        |
| 6         |     | Schweröl-Untersuchungen                        |
| 7         | a+b | Untersuchung von Anreibeöl und Abschlämöl      |
| 8         | a-e | Heißeöl-Untersuchungen von Schweröl            |
| 9         |     | Heißeöl-Untersuchungen von Schweröl + Mittelöl |
| 10        | a-g | Elementar-Analysen und Heizwerte               |
| 11        | a-i | Elementar-Bilanzen                             |
| 12        |     | Verteilung des als KV vergastem C              |
| 13        |     | iso-Butangehalt                                |
| 14        |     | Organisch gebundener Schwefel in Abgasen       |
| 15        | a-e | Abwasser-Untersuchungen                        |
| 16        |     | Siedekurve des Abstreifers                     |
| 17        |     | Phenolverlegungen                              |
| 18        |     | Asphalterlegungen                              |
| 19        |     | Sieb-Analysen                                  |
| 20        |     | Untersuchung des Öls vom Schmelgut             |
| 21        |     | Untersuchung der Abstreifer-Fraktion 320-350°  |
| 22        | a+b | Schwelenscheuten                               |

Hochdruckversuche  
In 556

24. 10. 1942. v.Htm/Pf.

G. B. v. Hartmann

Zur Verarbeitung von Steinkohle  
auf Bensen, Mittelöl und Schweröl.

Verarbeitung von schlesischer Kohle „K 1197“  
Reinitzgrube  
im 10 Ltr.-Ofen bei 600 atm auf  
Schwerölüberschuß.

Ofen 451

19.9.1940 - 4.5.1941

Ludwigshafen a.Rh.

5.2.1942

207941



Ich möchte die Gelegenheit der Veröffentlichung dieses Versuchsberichtes wahrnehmen, um denen zu danken, die durch ihre Mitarbeit die Durchführung derartiger Untersuchungen erst ermöglichten. Es sind vor allem dies die Herren Dr. Schiffmann, Dr. Meier, Dr. Gieg, Dr. Lemme, Dr. v. Fünser und Dr. Hirschberger, die neben anderen meine Arbeit durch ihre Untersuchungen tatkräftig unterstützten. Mein Dank gehört natürlich auch den engeren Mitarbeitern, die mir in der Versuchsüberwachung und -durchführung unermüdlich zur Seite standen, so vor allem Herrn Dr. Napfer, der sich darüber hinaus der Mühe unterzog, die umfangreichen Tabellen des gesamten Analysenmaterials auszuarbeiten. Meinen ganz besonderen Dank möchte ich aber bei dieser Gelegenheit denen zum Ausdruck bringen, die durch unermüdliche, gleichmäßige und aufmerksame Arbeitsleistung sowie langjährige Betriebserfahrung überhaupt erst die Voraussetzung für die Durchführung solcher Versuche schaffen: Meister Meister, den Schichtmeistern, insbesondere Lützel, Heuberger und Lessung, sowie den erfahrenen Vorarbeitern und Arbeitern der Kleinapparatur.

Indwigshafen a.Rh., den 11.11.1942.

ges. G.B.Härtmann

TITLE PAGE

I. Teil  
Part I

TITLE PAGE

Zusammenfassung  
Summary Page 1

Frame No. 399

399

Zur Verarbeitung von Steinkohle auf Benzin, Mittelöl und Schweröl.

Schlesische Kohle „K 1197“

Durchschnittsprobe der Förderkohle der Heinitzgrube O.S.,  
in Zandfahnen mit  $\text{CaO}_2$  entseht.

I. Teil

Zusammenfassung:

Nachfolgend wird über Versuche berichtet, die mit schlesischer Kohle der Heinitzgrube in 20 Ltr.-Ofen durchgeführt worden sind, um einerseits diese Kohle hinsichtlich ihrer Verarbeitung auf Schweröl-überschuss (Benzin + Heizöl) zu untersuchen 1) und andererseits über die Verarbeitung von Steinkohle auf Benzin, Mittelöl und Schweröl (Benzin + Heizöl) überhaupt grundsätzliche Erfahrungen zu gewinnen. Vor allem wird eine neue Verfahren (Versuchsgruppe A) geprüft, die eine Mittelstellung zwischen der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl und der bisherigen Art der Verarbeitung auf Benzin + Heizöl einnimmt, und die insbesondere bei Kohlen, deren Asphalte schwerer abzusaugen sind, sowohl billiger als auch fahrtechnisch günstiger als die Verarbeitung auf maximalen Schwerölüberschuss ist.

Von der Verarbeitbarkeit der Kohle abgesehen, so liegt diese, wie nach der Elementar-Analyse zu erwarten war und wie sich auch bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl bereits gezeigt hatte, zwar ungünstiger als bei Solmsberg-Kohle, aber mit  $>0,4$  Leistung und  $<25\%$  Vergasung beim Fahren auf maximalen Schwerölüberschuss unter ausreichenden Asphalt-Abbau noch in tragbaren Grenzen (Versuchsgruppe B).

An grundsätzlichen Fragen wurden in der ganzen Versuchsreihe, die sich über nahezu 8 Monate erstreckte, außerdem geprüft:

1. Einfluss von Durchsatz und Temperatur bei der Verarbeitung einer gleich ungünstigen Kohle auf maximalen Schwerölüberschuss (Versuchsgruppen B<sub>1</sub> - B<sub>7</sub>). Hierbei ergab sich in der Hauptsache, dass verbesserte Verarbeitungsbedingungen angewandt werden können (verminderte Durchsätze bei hohen Temperaturen), um die Asphalte soweit abzusaugen, dass sie in der Rückstands-aufarbeitung (Rogelofen) keine Schwierigkeiten bereiten.
2. Einfluss der Gemenge (Versuchsgruppen B<sub>11</sub> und B<sub>12</sub>). Die Ver-ringerung der Gemenge wirkt sich wesentlich nur im Asphalt-abbau aus.

1) Die Zusammenstellung über die Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl liegt vor (20 244 i v. 9.3.42).

TITLE PAGE

Einleitung  
Introduction Page 2

Frame No. 400

3. Der Einfluss der Abscheider-Temperatur (Versuchsgruppe BvIII). Dieser ist in dem vorliegenden Fall ohne Bedeutung.
4. Kontakt-Effekte:
  - a) Schwefelung der Bayermasse (Versuchsgruppe BvI). Der Kontakt-Effekt der Schwefelung der Bayermasse ist nur äußerst geringfügig und dürfte die Kosten kaum rechtfertigen.
  - b) H<sub>2</sub>S-Zusatz (Versuch BvII). Ein Effekt durch den Zusatz von 5 % H<sub>2</sub>S kann nicht festgestellt werden.
  - c) Chlor-Zusatz (Versuchsgruppe AvI). Ein Zusatz von Chlor in Form von CCl<sub>4</sub> in den Ofen unten weit in das saure Gebiet hinein hat in diesem Fall - bei der Verarbeitung bei 600 atm auf verminderten Schwerölüberschuss - keinen Effekt gebracht.

#### Einleitung:

Nachdem die für die Hydrierung im Blechhammer ausgewählten Kohlen der "euthen"- und Heinitzgrube auf ihre Eignung zur Verarbeitung auf Benzol und Mittelöl bereits eingehend geprüft worden waren<sup>1)</sup>, sollte auch wenigstens eine dieser beiden Kohlen hinsichtlich ihrer Verarbeitbarkeit auf Schweröl-Überschuss untersucht werden. Für diesen Versuch wurde die schlechtere der beiden Kohlen ausgewählt, da noch Vorliegen dieser Ergebnisse sich die Ergebnisse der anderen Kohle ohne Schwierigkeiten schätzen lassen.

Da die bisherigen Heisöl-Versuche stets nur in der Richtung des Äußersten Grenzfalls einer reinen Mittelölverdünnung des Abschlammes und ohne eingehendere Berücksichtigung der Rückstandsaufarbeitung durchgeführt wurden, soll diese Gelegenheit wahrgenommen werden, um die verschiedenen Möglichkeiten, die die Verarbeitung auf Schwerölüberschuss bietet, genauer zu untersuchen. Die Versuche wurden in den 10 Ltr.-Ofen üblicher Anordnung durchgeführt, wie sie späterhin (Seite 34) genauer beschrieben ist. Sie erstreckten sich über eine Zeit von 7 1/2 Monaten und sind in ihrer zeitlichen Reihenfolge nicht systematisch durchgeführt worden, um den jeweils vorliegenden praktischen Forderungen gerecht zu werden. So wurde z.B. der Versuch

- 1) Verarbeitung der Kohle K 1180 (Bettungsgrube) auf Benzol und Mittelöl (vergl. Zusammenstellung vom 2.1.1942 Nr. 19 8131. Verarbeitung der Kohle K 1187 (Heinitzgrube) auf Benzol und Mittelöl (vgl. Zusammenstellung 20 2441 v. 9.3.42).

der Verarbeitung auf verminderten Schwerölüberschuss, der bereits seit längerer Zeit geplant war, mit Rücksicht auf eine mögliche Aufgabe für Füllis, 2% Heisöl zu machen, dem normalen Versuch zwecks Beurteilung der Kohle vorangestellt. Aus ähnlichen Gründen wurden jeweils die Kontaktversuche mehr oder weniger willkürlich eingeschoben.

Da die apparative Anordnung im Wesentlichen als weitgehend bekannt vorausgesetzt werden kann und die chronologische Beschreibung des Versuchs-Verlaufs nur zur Kontrolle der Auswertung der Versuchsergebnisse dienen soll, wird beides mit dem gesamten tabellierten Zahlenmaterial am Schluss des Berichtes gebracht und die allgemeinen interessierenden Auswertungen und Beurteilungen der einzelnen Versuche in systematischer Reihenfolge vorweggenommen.

In Anbetracht der neuen Erfahrungen, die über die Verarbeitung von Steinkohle auf Schwerölüberschuss gesammelt wurden, scheint es angemessen, diesen Versuchsergebnissen einige allgemeine Bemerkungen zu diesen Fragen vorausschicken.

#### Die Verarbeitung von Steinkohle auf Benzol, Mittelöl und Schweröl.

Der wesentliche Unterschied zwischen der Verarbeitung auf Benzol und Mittelöl und der auf Benzol, Mittelöl und Schweröl liegt in der Bestimmung der Verarbeitungsbedingungen, die bei der Verarbeitung auf Benzol und Mittelöl durch die Festlegung einer einzigen Bedingung etwa die der Temperatur durchgeführt wird, während beim Fahren auf Schwerölüberschuss verschiedene Möglichkeiten vorliegen, um die Kohle bei z.B. einer bestimmten Temperatur unter Einhaltung des Anreibeölgleichgewichts zu verarbeiten.

Die Bedingung des Gleichgewichtszustandes ist in jedem Falle die, dass soviel Anreibeöl erzeugt wie zur Anreibung der Kohle benötigt wird. Bei der Verarbeitung auf Benzol und Mittelöl unterliegt nur diese Bedingung einer weiteren Einengung dadurch, dass das Anreibeöl durch Schleudern einer ausschließlich mit Schweröl durchgeführten Verdünnung des Abschlammes hergestellt wird. Die Spaltung bei der Verarbeitung auf Benzol und Mittelöl ist damit der Bedingung unterworfen, dass die Schwerölmenge in einem bestimmten Verhältnis zur eingesetzten Kohle stehen muss. Damit kann bei bestimmten "äußeren" Bedingungen von Druck, Kontaktsusatz und Gasmenge hinsichtlich Temperatur und Durchsatz nicht mehr unabhängig zu einander variiert werden, sondern es gehört zu jedem Durchsatz eine bestimmte Temperatur und umgekehrt, damit dieser Bedingung genügt wird. Ist z.B. bei einer Kohle festgestellt worden, dass die Temperaturen oberhalb 25 °C

nicht mehr gut beherrschbar sind, so daß man sich auf diese Temperatur beschränken will, so gehört hierzu ein ganz bestimmter Durchsatz, um „im Gleichgewicht zu liegen“. Überschreitet man diesen Durchsatz, so erhält man zuviel Schweröl bzw. Anreiböl unterteilt man ihn, zu wenig. Die Benzin- und Mittelöl-Fahrweise ist somit vollständig in sich festgelegt. Es können Durchsatz und Temperatur nur korrespondierend geändert werden. Die chemischen Verhältnisse sind daher durch Änderung dieser inneren Bedingungen nur in äußerst geringem Maße zu beeinflussen. So ist zum Beispiel der Asphaltabtrag bei der Verarbeitung auf Benzin mit Mittelöl im wesentlichen nur durch die Hydrierbarkeit der Kohle bestimmt und verbessert sich meist nur in geringem Maße durch Erhöhung von Temperatur und Durchsatz. Die „äußeren“ Bedingungen wie Druck, Gemenge und Kontaktzustand, in denen man natürlich völlige Freiheit hat, sind hier von größter Wichtigkeit. Die Bedeutung der 600 st für die Sumpfhöhe liegt vor allem darin, daß der höhere Druck bei Anwendung billigerer (weniger aktiver) Kontakte einen besseren Asphaltabtrag ermöglicht. Dies ist zum Teil eine unmittelbare Folge des hohen Drucks, zum Teil darauf zurückzuführen, daß der höhere Druck die Anwendung höherer Temperatur ermöglicht, ohne daß die Spaltung zunimmt.

Ganz anders liegen die Verhältnisse bei der Verarbeitung von Schwerölüberschuss. Hier ist die Menge des anfallenden Anreiböls nicht durch die Fahrweise bedingt, weil ja die Verdünnung mit Mittelöl oder mit Mittelöl und Schweröl vorgenommen, wovon also jeweils soviel zur Verdünnung des Abchlammes genommen wird als nötig ist, um die erforderliche Anreibölmenge zu erhalten. Mit anderen Worten wird hier im Gegensatz zu der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl durch die Gleichgewichtsbedingung (der Anteil des anfallenden Enklauföls) nicht eine bestimmte Spaltung gefordert. Man kann also die „inneren“ Bedingungen von Temperatur und Durchsatz unabhängig voneinander variieren und durch entsprechende Änderung der Verdünnung den Gleichgewichtszustand im Anreiböl aufrechterhalten. Was sich bei einer derartigen Vinstellung des Enklaufölgleichgewichts durch Änderung der Verdünnung ändern kann, ist die Verteilung des Ölgewinnes. Es sei jedoch an einen extremen Beispiel gezeigt, daß dieser Einfluß nicht von erheblicher Bedeutung ist. Bei Steinkohle wurde auf maximalen Schwerölüberschuss - also mit reiner Mittelölverdünnung des Abchlammes - unter Bedingungen gearbeitet, die bei einer Verdünnung von 70 Teilen Abchlamm mit 30 Teilen Mittelöl gerade die nötige Menge Enklauföl liefern. Aus irgendwelchen Gründen (z.B. einer unzureichenden Asphaltabtrag<sup>1)</sup>) wurde es jedoch als vorteilhaft betrachtet, die Verarbeitungsbedingungen zu verschärfen, also den Durchsatz zu vermindern. Das führt, neben einer Verbesserung des Abtrages der Asphalte, zu einer Erhöhung der Spaltung. Es fällt daher eine geringere Menge Abchlamm gleicher Festkonzentration an, die nun stärker verdünnt werden muß, z.B. 65 Teile mit 35 Teilen Mittelöl, um die nötige Anreibölmenge zu erhalten. Es entsteht also eine Mehrbildung von Mittelöl ein Mehrverbrauch für die Enklaufölgewinnung gegenüber, d.h. die Mittelölkonzentration im Ölgewinnung ändert sich nicht erheblich und die Neubildung verschiebt sich nur, während mehr Mittelöl im Kreislauf geführt, etwas zum Benzin hin. Beim Fahren auf Schwerölüberschuss ist also, um es anders auszudrücken, da zur Aufrechterhaltung des Anreibölgewichtes nicht auf eine bestimmte Spaltung geachtet werden

1) Dies ist bei dieser Kohle der Fall gewesen.

(weil man nicht nur Benzin und Mittelöl machen will, sondern auch Wahl von Druck und Temperatur weitgehend unabhängig). Natürlich sind damit der Verarbeitung von Steinkohle vom ökonomischen sowohl wie vom wirtschaftlichen Standpunkt aus beträchtliche umfassendere Möglichkeiten gegeben, zumal man - wenn man die Freiheit, die Art der Verdünnung des Abschlammes zwischen reinem Mittelöl und reinem Schweröl beliebig zu variieren und den Rücklauföl auf eine bestimmte Siedekurve (Mittelölkonzentration) zu stellen, ausnützt - jede Art der Ölgewinnverteilung zwischen und ca. 60 % Schweröl im Ölgewinn einzustellen in der Lage ist. Es lassen sich so für die jeweilige Verarbeitbarkeit der Kohle spezifisch geeignete Bedingungen einstellen, so daß es zum Beispiel durchaus möglich ist, für eine Kohle, die bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl wirtschaftlich nicht gute Ergebnisse liefert, bei der Verarbeitung auf Schweröl bessere Bedingungen aufzufinden, die zu günstigeren Ergebnissen führen.

Es muß noch besonders auf die Tatsache hingewiesen werden, daß die Qualität der anfallenden Produkte beeinflusst wird durch das in Kreislauf geführte Öl (Anreiböl). Diese Tatsache kommt bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl nicht zur Geltung, weil die geringen Schwankungen des Anreiböls (= Schleuterpumpe aus Abschlam + Schweröl) auf die Benzin- und Mittelölbildung praktisch keinen Einfluß haben. Sie ist hier von besonderer Bedeutung, weil die Zusammensetzung des in Kreislauf geführten Öls nicht nur von der Art der Verdünnung abhängt, sondern auch von der Art der Trennung im Hochdruck (Arbeitsweise des Abscheiders und der Rückstandsaufarbeitung. Hier nun sind gewisse Unterschiede zumal der Reaktionsysteme verschiedener Größenordnung, weil apparativ bedingt, unvermeidlich<sup>1)</sup>. Hier liegt auch der Grund für die schwankende Qualität des „Reisöls“ (= Schweröl > 325°), die durch zufällige nicht unmittelbar festzustellende Unterschiede in der Trennung im Abscheider und der Qualität des in Kreislauf geführten Anreiböls verursacht wird.

Nachdem diese Ausführungen wohl kaum hinreichen dürften, um ein erschöpfendes Bild der Möglichkeiten bei der Verarbeitung von Steinkohle auf Schwerölüberschuß zu geben, so vermitteln sie wohl doch wenigstens eine Vorstellung davon, daß diese Verarbeitungsweise sehr viel mehr Möglichkeiten in sich birgt und ihre Gesetzmäßigkeiten daher erheblich schwerer aufzudecken sind als die der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl.

Hochsten man bereits eine ganze Reihe verschiedener Kohlen in der extremen Weise der reinen Mittelölverdünnung des Abschlammes und der maximalen Berechnung verarbeitet werden ist, sollte mit dieser Arbeit der Versuch unternommen werden, am Rande der Untersuchung der Verarbeitbarkeit einer schlesischen Kohle auf Schwerölüberschuß (Reisöl) einen Einblick in die Gesetzmäßigkeiten dieser Verarbeitungsweise zu gewinnen.

1) Es dürfen daher in Kleinen erhaltenen Resultate hinsichtlich der Ölgewinnverteilung und besonders hinsichtlich der Qualität des Schweröls nur mit Vorbehalt auf das Große übertragen werden.

Bevor des Näheren auf die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche und deren Ergebnisse eingegangen wird, seien noch einige allgemeine Bemerkungen über die Versuchsdurchführung bei derartigen „Heißöl-Versuchen“ und deren Bilanzierung vorausgeschickt.

Die Verarbeitung auf Schwerölüberschuß bringt auch in der Versuchsmethodik einschließlich der Auswertung der Versuche einige Unterschiede gegenüber der Verarbeitung auf Bensin und Mittelöl mit sich. Diese gründen sich einerseits unmittelbar auf den Unterschied der Fahrweisen, wie er auf Seite 3 u. f. dargelegt wurde, andererseits mittelbar auf diesen, insofern der Rückstandsaufarbeitung ein wichtigerer Einfluß und damit erhöhte Bedeutung zukommt. Kennzeichnet man den Unterschied der Verarbeitungsgeweisen durch die Tatsache, daß in dem einen Fall der Ölgewinn nur aus Bensin und Mittelöl des Abstreifers, in dem anderen aus dem ganzen Abstreifer, soweit er nicht zur Anreibölgewinnung verbraucht wird, besteht, so erhält daraus ein grundsätzlicher Unterschied der Versuchsdurchführung: Im ersten Fall (Bensin + Mittelöl) sind Leistung und Vergasung weitgehend unabhängig von der Entfernung von Anreibölgleichgewicht, im zweiten Fall (Schwerölüberschuß) geht eine solche Entfernung voll zu Lasten oder Gunsten der Leistung und damit auch der Vergasung. Es muß hier besonders darauf hingewiesen werden, daß die Einstellung des Anreibölgleichgewichts überhaupt ein besonderes Problem der Versuchstechnik im 10 Ltr.-Ofen darstellt. Die Verluste eines solchen Systems in der Rückstandsaufarbeitung sind an sich und für sich schon etwas höher als im Großen; dazu kommen die durch die Kompliziertheit der Wege (Umfüllungen, Wägungen) bedingten unvermeidlichen zeitweiligen Verluste. Außerdem müssen hier nicht nur die normalen Verluste der Rückstandsaufarbeitung gedeckt werden, sondern auch die bei den hier verarbeiteten Mengen beträchtlich in's Gewicht fallenden Probenahmen. Um also im geschlossenen Kreislauf fahren zu können, müßte stets ein Anreibölüberschuß eingehalten werden, der beträchtlich höher liegt als im Großen<sup>1)</sup>. Nun liegt jedoch eine ziemlich große versuchstechnische Schwierigkeit darin, ein so relativ kleines System<sup>2)</sup> in den kurzen Perioden eines Einzelversuchs (ca. 5 - 14 Tage) auf das gewünschte Anreibölgleichgewicht einzustellen. Dies hat erstens seinen Grund in den starken Schwankungen der Verluste, zweitens in der Unklarheit mit der auf Grund der Aufarbeitungszahlen des Ofens das Anreibölgleichgewicht nur gerechnet werden kann, weil diese Zahlen nicht mit denen der Analysen, die viele Tage später erst erhalten werden, übereinstimmen. Es gehört sehr viel Erfahrung und Aufmerksamkeit dazu, „den Ofen richtig zu legen“ - und ist auch, wenn beides vorhanden ist, gerade bei unbekannten Verarbeitungsbedingungen garnicht immer möglich.

- 1) Die Verluste der Rückstandsaufarbeitung betragen im Großen bei Steinkohlen etwa 8 % vom Ölgewinn.
- 2) Es stellt dies sogenannte 10 Ltr.-Ofen-System (8 Ltr. Reaktionsvolumen) die untere Grenze der Versuche dar, die gestatten Kohle im geschlossenen Kreislauf zu verarbeiten.



Diese oft unvermeidliche Entfernung von Anreibeölgleichgewicht hat, wie gesagt, bei der Verarbeitung von Kohle auf Benzin und Mittelöl keinen direkten Einfluß. Ein Beispiel möge dies zeigen. Die Verarbeitungsbedingungen einer Kohle auf Benzin und Mittelöl seien so gewählt, daß der Anreibeölüberschuß zu groß ist. Um nun den Anreibeölüberschuß zu vermindern, muß durch Änderung der Verarbeitungsbedingungen die Spaltung erhöht werden, d.h. also Erhöhung der Temperatur oder Verminderung des Durchsatzes. Die Temperatur man ist, wie besonders klar auch aus den nachfolgenden Untersuchungen hervorgeht, wird, neben dem Druck die wichtigste der Verarbeitungsbedingungen und mit diesem vor allem maßgebend für den Abbau der Asphalte und des Festen und damit auch für die Vergasung. Um also eine höhere Spaltung ohne grundsätzliche Änderung der Verarbeitungsbedingungen zu erzielen, wird man den Durchsatz zurücknehmen. Es hat sich nun in einer großen Anzahl von Versuchen gezeigt, daß die durch die Durchsatzverminderung zu erwartende Verringerung des Benzin- + Mittelöl-Gewinns praktisch durch die erhöhte Spaltung ausgeglichen wird, so daß die auf den reaktionslumen bezogene Leistung (Benzin + Mittelöl) innerhalb der Fehlergrenze der Bilanzierung derartiger Versuche gleich bleibt. Aus diesem Grunde wurde auch in Ludwigshafen schon in den Jahren 1928/1930 dazu übergegangen, die Vergasung auf Benzin + Mittelöl + Vergasung zu beziehen <sup>1)</sup>, weil man sich damit von den Schwankungen des Anreibeölüberschusses unabhängig machte. Anders liegen die Verhältnisse bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuß. Hier wird die Einstellung des Anreibeölgleichgewichtes in der Hauptsache durch die Verdünnung des Abschlamms reguliert, also durch die Menge (Mittelöl oder auch Mittelöl + Schweröl), die unmittelbar der Heißabscheider als gewinnbar abgetrennten (festfreien) Öls entnommen wird. Ist bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuß zu viel Anreibeöl vorhanden, so ist dieses Zuviel dem praktischen Ölgewinn entzogen worden. Daraus geht hervor, daß bei der Verarbeitung auf Benzin, Mittelöl und Schweröl Leistung und Vergasung (bezogen auf praktischen Ölgewinn + Vergasung) nach der Entfernung vom Anreibeölgleichgewicht korrigiert werden müssen. In diesem Sinne werden Leistung und Vergasung bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuß auf einen Anreibeölüberschuß von 8 % korrigiert (vergleiche Fußnote 1 Seite 6). Berücksichtigt werden muß hierbei jedoch, daß die erhaltene Ölgewinnverteilung umso weniger der korrigierten Leistung entspricht, je weiter bei einem Versuch die Lage des Ofens vom normalen Anreibeölüberschuß entfernt ist. Man könnte theoretisch auch diese noch korrigieren, doch hat sich gezeigt, daß diese Korrektur schon so mit Fehlern behaftet ist, daß sie praktisch nicht mehr gerechtfertigt erscheint. Man muß sich hierbei darauf beschränken, beim Vergleich der Ölgewinnverteilung verschiedener Versuche den jeweiligen Anreibeölüberschuß in Betracht zu ziehen. Wegen der unterschiedlichen Arbeitsweise der Heißabscheider der Systeme verschiedener Größe (Einfluß auf die Zusammensetzung der im Kreislauf geführten Öle) muß hinsichtlich der Ölgewinnverteilung sowieso der Vorbehalt der exakten Gültigkeit nur für das betreffende System aufrechterhalten werden.

1) sie war vorher auf Verflüssigung bezogen worden. Die ICI behält auch später noch die Berechnung der Vergasung auf Heizkohle bei.

Selbstverständlich sind sowohl die Unabhängigkeit der Leistung vom Anreibeölüberschuß bei der Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl als auch die Korrektur der Leistung bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuß nur in gewissen Grenzen gültig. Man kann sagen, daß bis zu einer Abweichung von etwa 10 % vom Hochdruckölgewinn beides volle Gültigkeit hat. Bei größeren Abweichungen beginnen sich die Einflüsse auf Feste- und Asphaltablauf heraus zu machen.

I. Die Verarbeitung auf hohem Schwerölüberschuß (ob. 20 %)

a. Der Einfluß des Durchsatzes bei entsprechender Temperatur

Beschränkt man sich bei der Verarbeitung einer Kohle mit dem Ziel möglichst viel Schweröl neu zu bilden auf die reine Mittelölverdünnung und legt sich dabei die Beschränkung auf, diese Verdünnung in bestimmten Grenzen zu halten, so bekommt man ähnliche Verhältnisse wie bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl, d.h. man wird gezwungen, eine dem Durchsatz entsprechende Reaktionstemperatur anzuwenden. Auf diese Weise wurde bisher die Verarbeitung von Steinkohle auf Schwerölüberschuß - Fahren auf Asphalt + Heizöl - allein durchgeführt. Die folgende Tabelle vermittelt nun einen Überblick über die Ergebnisse dreier derartiger Versuche mit verschiedenen Durchsätzen und Temperaturen.

Tabelle I.

|                                                | I                              | II                          | III                    |
|------------------------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|------------------------|
| Durchsatz (Reinkohle)                          | 0,66                           | 0,86                        | 0,96                   |
| Temperatur °C                                  | 467                            | 468                         | 476                    |
| Gasmenge m <sup>3</sup> H <sub>2</sub> /kg RK. | 3,9                            | 3,9                         | 3,8                    |
| Abschleimrückführung<br>(RK. : Abschl.)        | 1 : 0,5                        | 1 : 0,5                     | 1 : 0,5                |
| Anreibeöl: Festes                              | 7,0                            | 8,0                         | 9,1                    |
| % -325° (1.01)                                 | 47,0                           | 51,0                        | 53,0                   |
| % Asph. ( " )                                  | 7,5                            | 8,0                         | 7,8                    |
| Abbau                                          | 95,5                           | 95,5                        | 94,2                   |
| Leistung (prakt. Ölgewinn)                     | 0,43                           | 0,58                        | 0,64                   |
| Vergasung/pr. Ölgw. + Verg.                    | 20,7                           | 19,0                        | 18,0                   |
| % -200° 1. pr. Ölgewinn                        | 25,0                           | 26,0                        | 30,0                   |
| % 200-325° " "                                 | 27,0                           | 20,0                        | 15,0                   |
| % 325° " "                                     | 48,0                           | 44,0                        | 55,0                   |
| % Asphalt a. RK.                               | 10,5                           | 11,7                        | 11,9                   |
| % " a. festefreies<br>RU-01                    | 8,9                            | 9,6                         | 9,7                    |
| % Anreibeölüberschuß                           | 6,5                            | 14,6                        | 20,2                   |
| Versuchsgruppe                                 | BIX                            | B <sub>I</sub> 1)           | B <sub>III</sub>       |
| Bilanz-No.                                     | 11 - 13                        | 9,10 u. 14                  | 15 - 17                |
| Datum                                          | 23.11.;<br>1. u. 4.12.<br>1940 | 14. u. 18.11.<br>10.12.1940 | 15./24./<br>28.12.1940 |

1) Bilanz 7 u. 8 unberücksichtigt, da sie nach dem Wiedereinfahren genommen wurden und möglicherweise zu günstige Werte vorführen.

Wie der Unterschied in der Höhe des Anreibelüberschusses zeigt, entsprechen die Temperaturen nicht ganz den Durchsätzen bzw. sind die Durchsätze in den Versuchen B I und B II (Spalte II und III) im Mittel etwas zu hoch. Von wesentlichem Einfluß ist dies, wie oben angeführt wurde, jedoch nur auf die Ölgewinnverteilung, die bei normalen Anreibelüberschüssen bei allen drei Versuchen etwa so liegen dürfte, wie in Versuch B II (Spalte I); nur bei dem Versuch B III (Spalte III) wird möglicherweise dem schlechteren Abbau parallel laufend eine geringe Erhöhung der Schwerölkonzentration eintreten.

Nachdem der Versuch B I (Spalte II), der als erster durchgeführt worden war (vgl. Versuchsverlauf Seite 38) gezeigt hatte, daß sich die Kohle unter diesen Bedingungen im Hochdruck zwar gut verarbeiten läßt, daß aber die Verschmelzung des Schleuderrückstandes im Kugelofen zum Zusammenbacken führt, wurde auf die niedrigste mögliche Grenze des Durchsatzes für die Verarbeitung auf Schwerölüberschuß zurückgegangen. Hierbei wurde die Temperatur absichtlich so wenig wie möglich zurückgenommen, um die erhoffte günstige Wirkung der Durchsatzverminderung nicht durch entsprechende Temperaturverminderung zu paralysieren. Auch unter diesen Bedingungen - Versuch B II (Spalte I) - wurde ein einwandfreies Arbeiten der Rückstandsaufarbeitung nicht erreicht. Um ein einwandfreies Ergebnis hinsichtlich des Einflusses des Durchsatzes bei dem jeweiligen Durchsatz und der entsprechenden Temperatur zu erhalten, wurde ein dritter Versuch - B III (Spalte III) - durchgeführt, bei dem eine etwa der technischen Höchsttemperatur für die Verarbeitung von Steinkohle entsprechende Temperatur von ca. 25 ° und der dieser entsprechende Durchsatz gefahren wurde. Der besseren Übersicht halber sind die wichtigsten Ergebnisse dieser Versuche in der Kurventafel I graphisch in Abhängigkeit des Durchsatzes aufgetragen. Man kann das Gesamtergebn dieser Versuchsreihe wie folgt zusammenfassen:

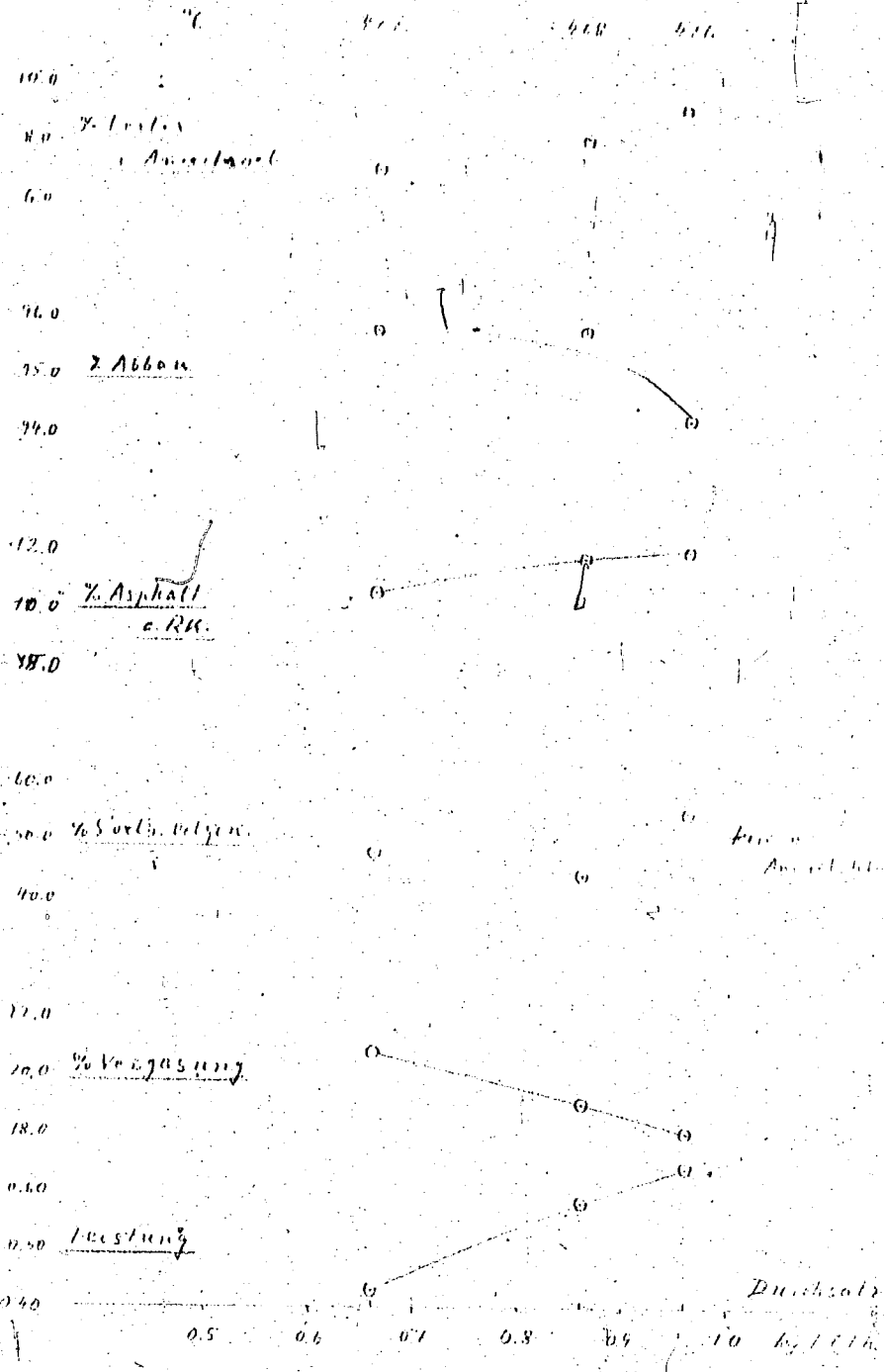
Die chemischen Verhältnisse bei der Verarbeitung einer Steinkohle auf maximalen Schwerölüberschuß sind weitgehend unabhängig vom Durchsatz, wenn die Temperatur mit diesem so geändert wird, daß das Anreibelgleichgewicht ungefähr erhalten bleibt. Die Leistung nimmt proportional dem Durchsatz zu, die Vergasung mit steigendem Durchsatz ab. Die Asphalte steigen mit dem Durchsatz unerheblich an, ohne ihre Qualität merklich zu ändern. Bei dem hohen Durchsatz wird der Abbau deutlich schlechter.

# Kurventafel I

Verarbeitung schlesischer Kohle

mit maximalem Anreibelüberschuß

und Temperatur



## b. Der Einfluß der Durchsatzverminderung bei hoher Temperatur.

Um eine Verarbeitungsmöglichkeit dieser Kohle zu finden, die die Anwendung des Kugelofens zur Verschmelzung des Schleuderrückstandes gestattet, wurden nun Versuche durchgeführt, durch Verschärfung der Verarbeitungsbedingungen einen ausreichenden Abbau der Asphalte zu erzielen. In diesem Zweck wurde die Kohle in zwei Versuchsgruppen unter Aufrechterhaltung der hohen Temperatur (474 °) bei verminderten Durchsätzen (Da 0,8 und Da 0,6) verarbeitet. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in der nachfolgenden Tabelle dem Versuch mit hohem Durchsatz (Da 0,9) gegenübergestellt. Diese Versuchsreihe vermittelt also ein klares Bild über den Einfluß des Durchsatzes bei gleicher Temperatur. Hierbei ist auffallend und von Wichtigkeit, daß, während Leistung, Spaltung (Schwerölüberschuß), Asphalt sowie auch das Feste im Anreibel sich ziemlich genau linear mit dem Durchsatz ändern, die Vergasung mit einer Verringerung des Durchsatzes weniger als linear und der Abbau mehr als linear ansteigt. Die nachfolgende Kurventafel II zeigt diese Verhältnisse mit besonderer Deutlichkeit. Bei Durchsätzen unter 0,8 kg/h/Std. bereitet die Rückstandsaufarbeitung keine Schwierigkeit mehr, womit also gezeigt ist, daß die Verarbeitung dieser oberschlesischen Kohle unter Einsatz des Kugelofens nur mit „verschärften“ Verarbeitungsbedingungen möglich ist.

**Tabelle XI.**

|                                                 | I                                  | II                    | III                        |
|-------------------------------------------------|------------------------------------|-----------------------|----------------------------|
| Durchsatz (Reinkohle)                           | 0,63                               | 0,76                  | 0,96                       |
| Temperatur °C                                   | 474                                | 476                   | 476                        |
| Gewinnung m <sup>3</sup> H <sub>2</sub> /kg RK. | 3,9                                | 4,1                   | 3,8                        |
| Abschleuswerkführung<br>(Triebe : Abschl.)      | 1 : 0,5                            | 1 : 0,5               | 1 : 0,5                    |
| Anreiböl: Festes                                | 5,6                                | 7,5                   | 9,1                        |
| % -325° (1.Öl)                                  | 54,0                               | 47,0                  | 53,0                       |
| % Asph. ( " " )                                 | 5,1                                | 6,2                   | 7,8                        |
| Abbau                                           | 96,4                               | 94,8                  | 94,2                       |
| Leistung (prakt. Ölgevin)                       | 0,40                               | 0,50                  | 0,64                       |
| Vergasung / pr. Ölgevin + Verg.                 | 22,0                               | 21,6                  | 18,0                       |
| % - 200° 1. prakt. Ölgevin                      | 32,4                               | 32,0                  | 30,0                       |
| % 200-325° " "                                  | 29,9                               | 26,0                  | 15,0                       |
| % >325° " "                                     | 37,8                               | 42,0                  | 55,0                       |
| % Asphalte a. RK.                               | 6,9                                | 8,6                   | 11,9                       |
| % " a. festefr. RU-Öl                           | 5,7                                | 7,2                   | 9,7                        |
| % Anreibölüberschuß                             | 9,8                                | 5,6                   | 20,2                       |
| Versuchsgruppe                                  | Bv 1)                              | BIV                   | BIII                       |
| Bilanz-No.                                      | 21, 23, 24 u.<br>29                | 18 - 20               | 15 - 17                    |
| Datum                                           | 29.1.-61/11.2.<br>u. 14.3.<br>1941 | 11./19./23.1.<br>1941 | 15./24./<br>28.12.<br>1940 |

1) Bilanz-Nr. 22 unbrauchbar.

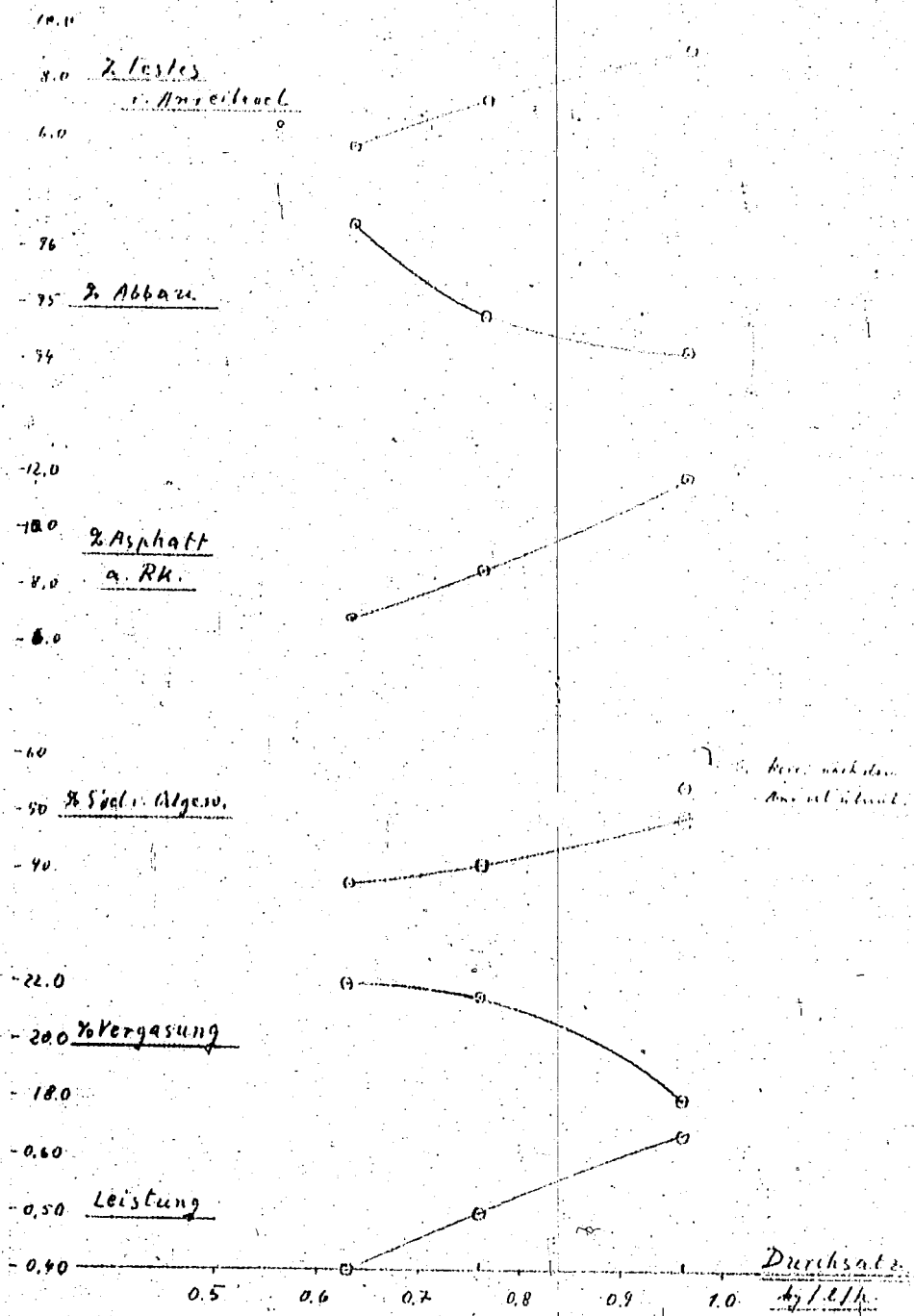
# Kurven tafel //

412

Verarbeitung schlesische Kohle

bei hohen Temperaturen

und verschiedenen Abgasleistungen



- 19a -

c. Der Einfluß der Temperatur bei niedrigem Durchsatz.

Entnimmt man den beiden vorgenannten Versuchsserien die Zahlen der Versuche bei 0,65 kg/Ltr./Stde Durchsatz, so ergibt sich folgende Gegenüberstellung:

Tabelle XII.

|                                     |         |         |
|-------------------------------------|---------|---------|
| Durchsatz                           | 0,65    | 0,65    |
| Temperatur °C                       | 467     | 474     |
| Gasmenge                            | 3,9     | 3,9     |
| Abschleimrückführung (Erke:Abschl.) | 1 : 0,5 | 1 : 0,5 |
| Anreiböl: % Festen                  | 7,0     | 6,0     |
| Abbau                               | 95,8    | 96,2    |
| Leistung (prakt. Ölgevin)           | 0,42    | 0,42    |
| Vergasung / pr. Ölgew. + Verg.      | 20,8    | 22,0    |
| % Stöl i. Ölgew.                    | ca. 44  | 38      |
| % Asphalte u. Reinkohle             | 10,4    | 6,8     |
| % Anreibölüberschuß                 | 6,5     | 9,8     |

Wie diese Gegenüberstellung zeigt, wirkt sich die hohe Temperatur hauptsächlich in einer erhöhten Verbesserung des Asphaltabbaus aus. Die Erhöhung der Vergasung ist relativ gering und wird hinsichtlich des Ölgewinnes durch die Verbesserung des Abbaus kompensiert. Weitere Vorteile der höheren Temperatur sind in der stärkeren Spaltung (mehr Mittelöl) und der Verringerung des Festen im Rücklauf zu sehen.

Dieses Ergebnis überrascht insofern, als sich gerade bei der Verarbeitung dieser Kohle auf Benzol und Mittelöl eine starke Abhängigkeit der Vergasung von geringen Temperaturerhöhungen gezeigt hatte. Es zeigt sich hier also deutlich der Unterschied zwischen den beiden Verarbeitungsmethoden. Während bei den „milderen“ Bedingungen desfahrens auf Schwerölüberschuß eine beträchtliche Temperaturerhöhung von 7° die Ergebnisse in wesentlichen nur verbessert, führt bei der Verarbeitung auf Benzol und Mittelöl, wo Feste- und Asphaltabbau bereits an der Grenze des Möglichen liegen, eine geringere Temperaturerhöhung in der Hauptsache nur zu einer Erhöhung der

STRECKEN

II. Die Verarbeitung bei verminderten Schweregraden

III. Werten bei reduzierter Leistung



Vergasung 2).

414

Diese Verhältnisse zeigen mit besonderer Deutlichkeit die entscheidende Bedeutung, die der Temperatur bei der Verarbeitung von Kohle zukommt. Hiermit kann nicht genügend genau verfahren werden, da bei Dampfdruck-Verfahren dieser Tatsache bisher nicht ausreichend Rechnung getragen wurde, was die Vergleichsmöglichkeit und den Wert dieser Versuche beträchtlich vermindert. Es kann nicht genug betont werden, im Laufe eines Versuches - wie dies immer wieder geschehen ist - die Lage des Ofens durch Änderungen in der Temperatur zu beeinflussen, es muß als *conditio sine qua non* betrachtet werden, während eines Versuches die Temperatur so exakt wie möglich konstant zu halten.

II. Die Verarbeitung auf verminderten Schwefelüberschuß.

Wohl einer der ältesten Erfindungsakte der Hydrierung besagt, daß es ungünstig ist, in der Dampfphase viel Mittelöl im Kreislauf zu führen, da man damit ungenügend die Entwicklung schlechten Benzins und die Vergasung behindert. Wenn auch dieser Satz, wie die meisten derartigen Erfindungsakten, daher nur beschränkt Gültigkeit hat, war er doch durch Beispiele ausreichend genug zu belegen, so daß er endlich Anlaß geben mußte, die bisher allein durchgeführte Verarbeitung von Mittelölen auf Schwefelüberschuß (Benzin + Mittelöl) mit seiner Mittelölverdünnung zu überprüfen. Bei dieser Fahrweise steigt nämlich der Mittelölgehalt des Anreiböls auf bis zu 60 % an. Mit dieser Kohle wurde nun insbesondere im Hinblick auf diese möglicherweise ungünstigen Verhältnisse prototypisch der Versuch unternommen, durch Verdünnung des Abchlammes mit Mittelöl und Schweröl im Verhältnis 1 : 1 den Mittelölgehalt des Anreiböls zu vermindern und den Mittelölanteil des Ölgewinns auf Kosten des Schweröls und des Benzins zu erhöhen. Schematisch betrachtet müßte eine derartige Fahrweise eine Mittelstellung zwischen der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl und der Verarbeitung auf reinen Schwefelüberschuß einnehmen. Dieser Versuch kam führte zu einem vollen Erfolg, indem er zeigte, daß die Kohle auf diese Weise sehr viel günstiger zu verarbeiten ist, als man auch bei Berücksichtigung aller in diese Richtung liegenden Erfahrungen hätte erwarten können. In der nachfolgenden Tabelle IV sind die wichtigsten Ergebnisse dieser Fahrweise der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl einerseits und der Verarbeitung auf reinen Schwefelüberschuß andererseits gegenübergestellt, wobei als Schwefelüberschuß der Durchsatz aus Vergleich herangezogen wird, bei dem die Asphalte sich gleich gut in der Rückstandsaufarbeitung verhalten.

- 1) vgl. hierzu Zusammenstellung über die Verarbeitung der K 1197 auf Benzin und Mittelöl.
- 2) Die Möglichkeit einer derartigen Fahrweise war zwar schon früher in Betracht gezogen worden und ein Verarbeitungsverfahren auf der Basis dieser schematischen Betrachtungsweise aufgestellt, doch die Möglichkeit, daß diese Fahrweise günstiger sein könnte, nicht erkannt.

415

Tabelle IV.

|                                                | I                                | II                                           | III                              |
|------------------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------|
| Durchsatz (Reinkohle)                          | 0,57                             | 0,72                                         | 0,76                             |
| Temperatur °C                                  | 472                              | 475                                          | 476                              |
| Gasmenge m <sup>3</sup> H <sub>2</sub> /kg RK. | 4,0                              | 4,0                                          | 4,1                              |
| Abschlammrückf. (Tr.Ko:Abschl.)                | 1 : 0,1                          | 1 : 0,4                                      | 1 : 0,5                          |
| Anreiböl: Art                                  | Sohl.Öl<br>Abschl.<br>+ Schweröl | Sohl.Öl<br>Abschl.<br>+ (Mittelöl<br>+ S'Öl) | Sohl.Öl<br>Abschl.<br>+ Mittelöl |
| % Festes                                       | 7,2                              | 6,5                                          | 7,3                              |
| % - 325° (1.Öl)                                | 6,8                              | 29,5                                         | 47,0                             |
| % Asphalt (" " )                               | 7,4                              | 7,7                                          | 6,2                              |
| Abbau                                          | 95,0                             | 95,3                                         | 94,6                             |
| Leistung (prakt. Ölgew.)                       | 0,32                             | 0,48                                         | 0,50                             |
| Vergasung /pr. Ölgew.<br>+ Verg.               | 27,1                             | 21,9                                         | 21,6                             |
| % - 200° 1. prakt. Ölgew. (-135° 13,8)         |                                  | 21,0                                         | 32,0                             |
| % 200-325° " " " (135°                         |                                  | 52,0                                         | 31,0                             |
| % 325° " " " 86,2)                             |                                  | 27,0                                         | 37,0                             |
| % Asphalte a. RK.                              | 7,7                              | 7,3                                          | 8,6                              |
| % " a. feststoffreies<br>Rücklauföl            | 6,2                              | 6,1                                          | 7,2                              |
| % Anreibölüberschuß                            | 21,0                             | 8,7                                          | 5,6                              |
| Versuchsgruppe                                 | Zusammen-<br>stellung            | A <sub>1</sub>                               | B <sub>IV</sub>                  |
| Bilanz Nr.                                     | v. 9.3.42                        | 1 u. 2 1)                                    | 15 - 17                          |
| Datum                                          | Nr. 20 2441                      | 27.9.-1.10.<br>1940                          | 15./24./<br>28.12.<br>1940       |

1) Da dieser Versuch unmittelbar an einen Versuch mit der gleichen Kohle auf 10 % Schwefelüberschuß angeschlossen wurde, liegen die Zahlen bestimmt nicht günstiger als dem Gleichgewicht noch längerer Zeit entspricht, weshalb hier ohne Bedenken die Ergebnisse der ersten beiden Bilanzen zu Grunde gelegt werden können.

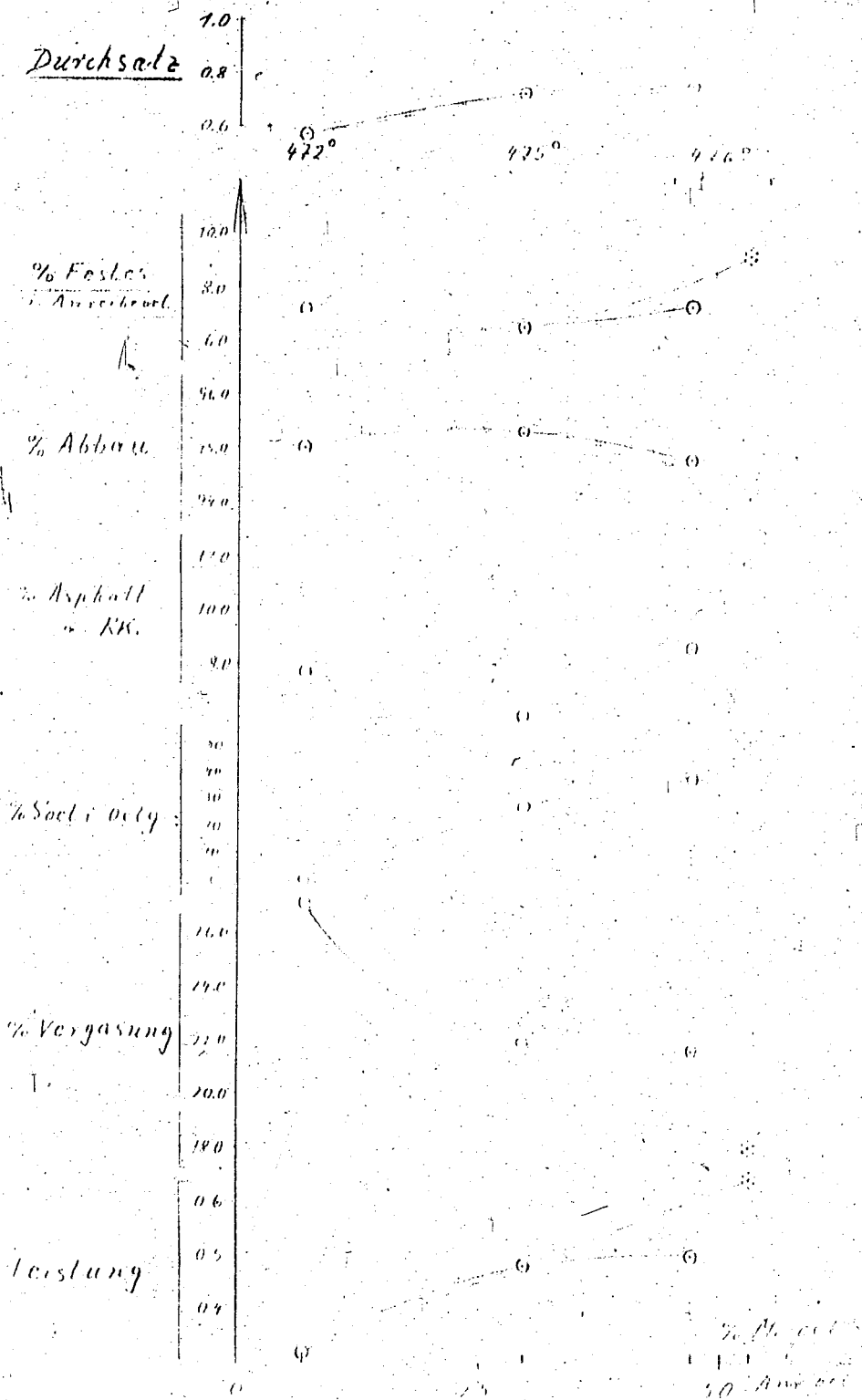
Der wesentliche Unterschied der drei Fahrweisen zeigt sich als Auswirkung der Abschlammerverdünnung mit Mittelöl + Schweröl in dem Mittelölgehalt des Anreiböls. Die Überlegenheit dieser Fahrweise zeigt sich eindeutig in den Ergebnissen: bei gleicher Leistung und Vergasung sind Abbau des Festen sowohl wie der Asphaltes besser und die Mittelölneubildung liegt beträchtlich höher, während der Anteil an unerwünschtem Sumpfbrennöl im Ölgewinn zurückgeht. Zudem ist hierbei in Betracht zu ziehen, daß man bei Verarbeitung auf maximalen Schwerölüberschuß mit Durchsatz 0,76 an der Grenze hinsichtlich der Schmelzung des Schlenderrückstandes liegt, während hierin bei der Verarbeitung auf verminderten Schwerölüberschuß keine Gefahr liegt, wie ja schon aus den Asphaltzahlen hervorgeht. Der Erfolg dieser Fahrweise liegt somit durchaus in der erwarteten Richtung, und er ist bedeutend größer als vorausgesehen werden konnte. Die Erklärung hierfür vermittelt die Kurventafel III. Hier sind die wichtigsten Zahlen aus der Tabelle IV als Funktion der Mittelölkonzentration des Anreiböls aufgetragen und durch ausgezogene Kurven miteinander verbunden (wobei der Krümmung dieser Kurven, die ja einer gewissen Willkür unterliegt, der wahrscheinlichste Verlauf gegeben wurde). Außer den Werten der Spalte III der Tabelle IV wurden nun noch zusätzlich die Werte der Spalte III der Tabelle II eingetragen, also die Werte der Verarbeitung auf maximalen Schwerölüberschuß mit höherem Durchsatz, und diese ihrerseits mit den Werten der Verarbeitung auf verminderten Schwerölüberschuß und der auf Benzin und Mittelöl durch gestrichelte Linien verbunden.

Als Abszisse wurde der Mittelölgehalt des Anreiböls gewählt, weil diese Größe den beträchtlichen Unterschied der Fahrweisen exakt wiedergibt, während die diesem Unterschied zu Grunde liegende Verdünnung des Abschlammes mit 200 % Schweröl, 50 % Schweröl + 50 % Mittelöl und 200 % Mittelöl nur als Verfahrensmaßnahme zu betrachten ist, der wegen der oft beträchtlichen Schwankungen im Anreibölüberschuß und sonstiger Fehlerquellen der Rückstandsaufarbeitung nur nominelle Bedeutung zukommt.

Betrachtet man nun auf dieser Kurventafel III zunächst nur die gestrichelten Kurven, so sieht man, daß, wenn eine Kohle mit verschiedener Zusammensetzung des Rücklauföls bei hoher Temperatur mit dem größtmöglichen Durchsatz verarbeitet wird, sich der Durchsatz ziemlich genau proportional dem Mittelölgehalt des Anreiböls steigern läßt und daß Leistung, Vergasung und Spaltung (% S'öl im Ölgewinn) ihrerseits wieder nahezu linear mit diesem und dem Durchsatz verlaufen. Daß die Temperatur bei dem Benzin- und Mittelölversuch hierbei niedriger liegt, hat seinen Grund in der Tatsache, daß eine weitere Temperaturerhöhung eine Verstärkung der Spaltung mit sich bringen würde, die sich unverhältnismäßig zur Vergasung verschieben würde (vgl. Zusammenstellung v. 9.3.42 - 20244 i). Wenn man also bei der Verarbeitung auf maximalen Schwerölüberschuß wie das nur im Kleinen möglich ist, den Durchsatz ohne Rücksicht auf die Rückstandsaufarbeitung voll ausführt, so entsprechen die Ergebnisse der Verarbeitung auf verminderten Schwerölüberschuß genau, wie das auch theoretisch erwartet wurde (vgl. S. 14), der linearen Interpolation zwischen der Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl und auf Benzin + Mittelöl + maximale Schwerölmenge. Diese gestrichelten Kurven stellen sozusagen die optimalen Bedingungen dar, unter denen diese Kohle im Hochdruck verarbeitet werden kann.

# Kurventafel III

417



100-100

44

Man stellt jedoch die Rückstandsaufarbeitung, bei der der Schleuderrückstand im Kugelofen veraschelt wird, hinsichtlich des Asphaltabbaus bestimmte Forderungen an den Hochdruck. Wenn diese nicht eingehalten werden, vermag der Kugelofen die Asphalte nicht mehr zu verarbeiten. Diese Bedingung, die dem Hochdruck durch die Rückstandsaufarbeitung auferlegt wird, führt nun dazu, daß, wie schon auf S. 11 ausgeführt wurde, diese Kurve oberhalb eines Durchsatzes von 0,8 kg/l/h technisch nicht mehr realisierbar ist. Will man also den maximalen Schwerölüberschuß aufrechterhalten, d.h. bei der reinen Mittelloilverdünnung des Abschlamms beharren, so ist man gezwungen, sich von den optimalen Verarbeitungsbedingungen zu entfernen, nämlich bei gleich hoher Temperatur einen niedrigeren Durchsatz zu fahren. Hiermit erreicht man zwar eine Verbesserung des Asphaltabbaus - im vorliegenden Fall auf das unbedingt notwendige Maß von 49 % auf Reinkohle - und daneben eine geringe Verbesserung des Feste-Abbaus und der Spaltung, aber Leistung und Vergasung verschlechtern sich erheblich gegenüber den optimalen Bedingungen. Diese Verschlechterung nun ist so groß, daß man auch hinsichtlich der absoluten Mittelloil-Leistung und Vergasung nicht mehr besser liegt als bei der Fahrweise mit geringerer Mittelloilkonzentration, bei der erheblich mehr Mittelloil neu gebildet, also ein hochwertigerer Ölschlamm erhalten wird und bei der man darüber hinaus auch hinsichtlich Feste- und Asphalt-Abbau sowie in der Qualität des Rücklauföls günstiger liegt.

Diese Zusammenhänge dürften die eindeutige Überlegenheit der Verarbeitungsweise auf verminderten Schwerölüberschuß gegenüber der Verarbeitung auf maximalen Schwerölüberschuß bei dieser Kohle aufzeigen.

### III. Zur Frage der Prüfung einer Kohle auf ihre Hydrierbarkeit.

Wie schon betont, darf die Überlegenheit dieser Verarbeitungsweise auf verminderten Schwerölüberschuß keine Allgemeingültigkeit beanspruchen werden. Es kann durchaus sein, daß eine günstigere und hydrierfähigere Kohle sich mit hohem Durchsatz unter ausreichenden Abbau der Asphalte verarbeiten läßt, bzw. daß die Asphalte sich in der Rückstandsaufarbeitung günstiger verhalten. Auch verlaufen die Kurven optimaler Verarbeitungsbedingungen nicht bei allen Kohlen gleich.

Sollen nun Kohlen auf ihre Eignung für die Hydrierung untersucht werden, so genügt es nicht, die Ergebnisse einer bestimmten Verarbeitungsart miteinander zu vergleichen. Noch weniger kann es ausreichen sein, für jede Kohle auf Grund langjähriger, nicht grundsätzlicher Erfahrungen oder eines mehr oder weniger glücklichen Fingerspitzengefühls möglichst schnell „günstige“ Verarbeitungsbedingungen aufzufinden. Diese Methoden der Prüfung einer Steinkohle genügen, solange nur die Verarbeitung auf Benzol + Mittelloil in Betracht gezogen wurde, wie dies bis vor wenigen Jahren der Fall war. Mit der grundlegenden Erweiterung der Fragestellung auf die Hydrierbarkeit von Kohlen auf Benzol + Mittelloil oder verschiedenen

Schwerölüberschuß hat sich, wie aus dem vorausgehenden hervorgeht, die Lage beträchtlich kompliziert. Lautete früher die Fragestellung einfach, wie und mit welchen Ergebnissen kann sich diese Kohle am besten auf Benzol und Mittelloil verarbeiten, so erhält sie jetzt die wesentlich umfassendere Form: Wie verhält sich diese Kohle bei der Hydrierung auf verschiedene Mengen Schwerölüberschuß und welche Verarbeitungsweise ist die günstigste?).

Um diese Frage exakt zu beantworten, müssen folgende Versuche durchgeführt werden:

Erstens muß die Kurve der optimalen Verarbeitungsbedingungen festgelegt werden, d.h. es müssen bei möglichst hoher Temperatur die höchstmöglichen Durchsätze gefahren werden. Vorläufig wird zur Festlegung dieser Kurve noch wie im vorliegenden Fall die Bestimmung von drei Punkten nötig sein. Wenn sich jedoch, wie zu erwarten ist, auch bei anderen Kohlen die lineare Änderung von Schmelzung, Vergasung und Spaltung mit dem Durchsatz bestätigt, so genügt die Bestimmung von zwei Punkten. Sodann wäre zu prüfen, bis zu welchem Durchsatz der Asphaltabbau ausreicht, um die technische Durchführbarkeit sicherzustellen.

Hierbei geht man zweckmäßigerweise so vor, daß man erst den Versuch auf Benzol und Mittelloil durchführt und anschließend den auf normalen Schwerölüberschuß mit größtmöglichen Durchsatz. Bei der Umstellung auf diesen Versuch kann das vorhandene Antriebsöl durch Stellung auf den entsprechenden Mittelloilgehalt verändert werden. Als dritten Versuch wählt man dann einen mittleren Punkt der linearen Interpolation der vorhergehenden Versuche, um dann mit einem vierten Versuch den Punkt anzuschauen, bei dem Asphaltabbau gerade noch oder nicht mehr ausreicht, um den Schleuderrückstand im Kugelofen zu ermöglichen.

Bei richtiger Führung werden diese vier Versuche, die bei einiger Erfahrung und etwas Fingerspitzengefühl bei der jeweiligen Lage des Offens umso mehr „richtig“ durchzuführen sind, etwa 8 Wochen in Anspruch nehmen und ausreichen, um die Frage nach der Hydrierbarkeit der Kohle zu beantworten. Allerdings gilt das dann nur für bestimmte „äußere Bedingungen“ wie Druck, Gasmenge und Kontakte. Für abgeänderte äußere Bedingungen müßte jeweils diese Versuchsreihe neu durchgeführt werden. In dieser Richtung läßt sich jedoch mancher Versuch nun auf Grund der vorliegenden Erfahrungen einsparen, da zum Beispiel der Einfluß von Druck und Gasmenge auf Grund zahlreicher Versuche grundsätzlich bekannt ist. Innerhalb wäre es wünschenswert, daß wenigstens einige Kohlen in der angegebenen Weise systematisch nach allen Richtungen untersucht würden. Wenn auf diese Weise erst einmal sozusagen ein systematisches Fundament geschaffen würde, so dessen Ergänzung ein Teil der vorhandenen Versuche herangezogen werden könnte, würde sich mancher ad hoc - Versuch auf Grund der gefundenen Gesetzmäßigkeiten einsparen lassen.

1) Leider ist es heute immer noch so, daß die Planung sich mangels ausreichenden experimentellen Materials nicht danach richten kann, welche Verarbeitungsweise für bestimmte Kohlen die geeignetste ist.

IV. Die Hauptaufgabe

IV. Die Hauptaufgabe besteht in  
oberflächlicher Kontrolle der  
Heilungsgänge.

V. Für die Durchführung der  
Simulationen sind die  
Glieder der  
Heilungsgänge in der  
Heilungsgänge.

Simulationen sind -

In diesem Zusammenhang sei noch kurz die Frage der Versuchsauswertung gestreift. Das Hauptproblem stellten hierbei die analytischen Untersuchungen. Allgemein gilt natürlich der Satz, daß man besser etwas untersucht als zu wenig; jedoch wird es wohl immer so sein, daß man sich in den vorzunehmenden analytischen Untersuchungen eine gewisse Beschränkung auferlegen muß. Solange wie bis vor etwa 4 Jahren nur Hochdruckkohlensauren gerechnet wurden, lag das Problem noch relativ einfach. Mit der Einbeziehung der Rückstandsaufarbeitung in die Bilanzierung der Versuche, wie sie in den letzten Jahren durchgeführt wurde, hat sich diese Frage erheblich kompliziert. Als wesentliche Richtlinie für die Frage, was bei einem Versuch zu untersuchen ist, galt und gilt noch eben die Auffassung, daß man ausschließlich nur die Produkte genauer untersucht, die in dem Prozess als Rohstoffe eingehen und die ihn als Anfall-Produkte (Olgenium) verlassen, und sich bei den im Kreislauf geführten Produkten nur auf die wichtigsten Kennzahlen verläßt, wie sie vor allem für die genaue Bilanzierung nützlich sind. Solange Kohlen in der Hauptsache nur auf Benzol und Mittelöl verarbeitet werden und nur der Hochdruck selbst bilanziert wird, bewährt sich diese Richtlinie durchaus. Jetzt hingegen scheint es dringend nötig, davon abzugehen, weil in derartige Bilanz- und Analysenschemen Apparatenkonstanten wie zum Beispiel die Trennungswerte des Abscheiders oder die Arbeitsweise der Schländer in einen Maß einzufließen, daß Versuche, die zum Beispiel mit anderer Rückstandsaufarbeitung oder einem neuen Abscheider durchgeführt werden sind, mit den früheren kaum oder nur schlecht vergleichbar sind. Es sollten daher die analytischen Untersuchungen grundsätzlich so durchgeführt werden, daß einmal neben den Hingangsprodukten der gesamte Anfall aus dem Hochdruck gesamtens untersucht wird und außerdem - neben den zur vollständigen Bilanzierung nötigen Analysen - diejenigen Produkte genau untersucht, die als praktischer Gewinn dem ganzen Prozess entnommen werden.

#### IV. Die Hydrierbarkeit der oberschlesischen Kohle der Beuthengrube.

Ihrer Analyse nach ähnelt die Kohle sehr der schlesischen Kohle der Beuthengrube, die im 10 Ltr.-Ofen auf Benzol + Mittelöl verarbeitet wurde <sup>1)</sup>. Sie gehört wie diese zu der Gruppe weniger stark reduzierter schlesischer Kohlen mit einem geringeren C-Gehalt und unterscheidet sich von dieser im wesentlichen nur durch einen etwas höheren Sauerstoffgehalt und eine geringere Urtaer-Ausbeute. Nachdem sich gezeigt hatte, daß oberschlesische Kohlen mit dem gleichen C-Gehalt wie Briketts sich in der Hydrierung erheblich ungünstiger verhalten <sup>2)</sup>, wurden Kohlen mit einem geringeren C-Gehalt als für die Hydrierung besonders in Frage kommend, ausgewählt. Diese Kohlen sind die der „Beuthen“- und der „Heinitzgrube“. In der Tabelle III des Anhangs sind die Analysendaten der K 1197 denen der C-reicheren K 1174 und der Gelsenbergkohle K 1090 gegenübergestellt.

1) Zusammenstellung v. 9.3.42 Nr. 202441.

2) Vgl. die Zusammenstellungen über die Verarbeitung der K 1174 Nr. 182551.



In der nachfolgenden Tabelle sind die wichtigsten Zahlen der Verarbeitung der schlesischen Kohle der Reinitzgrube denen der C-reicheren schlesischen Kohle der Grube „Castellengo-Abwehr“ und denen der Gelsenbergkohle gegenübergestellt und zwar, um ein möglichst vollständiges Bild zu erhalten, sowohl die Zahlen der Verarbeitung auf maximalen Schwerölüberschuß wie auch die Zahlen der Verarbeitung auf Bensin + Mittelöl. Vergleichsmöglichkeiten für die Verarbeitung zwischen diesen beiden Extrakten liegen nicht vor.

**Tabelle V.**

| Verarbeitet auf             | Schwerölüberschuß |      |      | BS + Mittelöl |      |      |
|-----------------------------|-------------------|------|------|---------------|------|------|
| Kohle-Nr.                   | 1197              | 1174 | 1090 | 1197          | 1174 | 1090 |
| Temperatur °C               | 476               | 478  | 477  | 472           | 470  | 468  |
| Durchsatz (kg RK/l/h)       | 0,76              | 0,76 | 0,81 | 0,57          | 0,47 | 0,44 |
| Abbau %                     | 94,8              | 95,4 | 96,4 | 95,0          | 95,4 | 96,1 |
| Leistung (prakt. Öl-gewinn) | 0,50              | 0,54 | 0,55 | 0,32          | 0,26 | 0,27 |
| Vergasung %                 | 21,6              | 20,8 | 20,5 | 27,1          | 28,9 | 24,7 |
| + Asphalt/RK.               | 8,6               | 17,3 | 11,5 | 7,2           | 10,0 | 7,4  |

Aus der Gegenüberstellung dieser Zahlen erhält eindeutig, daß die K 1197 entsprechend ihrem geringeren C-Gehalt (und dem höheren Gehalt an flüchtigen) bei beiden Verarbeitungswegen günstigere Ergebnisse liefert. Bei dem Vergleich ist zu berücksichtigen, daß bei der K 1174 auf Schwerölüberschuß bei gleichen Durchsatz und etwas höherer Temperatur die Asphalte bei Weitem nicht ausreichend abgehoht werden, daß also der technisch realisierbare Punkt auf der Kurve optimaler Verarbeitungsbedingungen bei bedeutend niedrigerem Durchsatz liegt als bei der Reinitzkohle. Die weniger inkohlte Förderung der Reinitzgrube liegt also im ganzen Hydrierbereich günstiger als die älteren, näher am westlichen Rande des Ostoberschlesischen Steinkohlenbeckens liegenden Kohlen der Gruben Castellengo und Abwehr. Der Vergleich mit der Gelsenbergkohle jedoch zeigt, daß sie nur in dem Hydrierbereich einer weitgehenden Spaltung zu Bensin und Mittelöl merklich ungünstiger liegt als die Reinitzkohle. Bei der Verarbeitung auf Schwerölüberschuß ist der Unterschied nur noch äußerst gering. Bei der in ganzen schlechter liegenden K 1174 war beim Vergleich mit der Ruhrkohle eine Abweichung in ihren Hydrierverhalten in gleicher Richtung beobachtet worden.

Es bestätigt sich hier besonders klar die Auffassung, die durch frühere Versuche über das Hydrierverhalten oberschlesischer Kohlen schon gewonnen worden war, und die sich wie folgt präzisieren läßt.

1) vgl. Zusammenstellung v. 8. Juli 1941 - 19 019 1 - 3.2 .

117. 2. 2000

economic growth and  
for peace and sta-  
bility in the world.  
Bernstein.

1. The first of these is the fact that the  
the first of these is the fact that the  
the first of these is the fact that the

ANNEX

1. For the purpose of the  
Table.
1. The number of  
the number of the

2. The number of the

Auf Grund eines etwas anders gearteten Inkohlungsvorganges verhalten sich oberschlesische Kohlen allgemein in ihrer Hydrierfähigkeit etwas ungünstiger als Ruhrkohlen gleichen C-Gehaltes. Als Kohlen ähnlicher Hydrierfähigkeit, wie Ruhrkohlen, sind oberschlesische Kohlen mit einem etwa 2 % niedrigerem C-Gehalt anzusprechen. Allgemein gilt für die oberschlesischen Kohlen, daß sie bis zu einem gewissen Grade leichter abzubauen sind als die Ruhrkohlen, daß sie aber einen größeren Anteil eines nicht oder nur schwer abbaufähigen Bestandteils enthalten. Die primären Abbauprodukte der schlesischen Kohlen, wie die Asphalte und die höhermolekularen Öle, spalten schwerer als die der Ruhrkohlen. Die oberschlesischen Steinkohlen sind daher für die Verarbeitung auf Schwerölüberschuß geeigneter als für die Verarbeitung unter vollständiger Spaltung der primären Abbauprodukte zu Benzin und Mittelöl.

#### V. Besondere Probleme der Verarbeitung von Steinkohle auf Schwerölüberschuß.

##### 1. Der Einfluß der Gasmenge.

Der Anlaß, nochmals den Einfluß der Gasmenge in einem genauen Versuch zu erfassen, lag in der Begrenzung, der der Durchsatz großtechnisch wegen des Strömungswiderstandes unterliegt. So könnte auf diesem Grunde in Schlesien der Durchsatz nicht wesentlich über 0,65 t Steinkohle je m<sup>3</sup> Reaktionsraum und Stunde gesteigert werden, selbst wenn dies chemisch etwa durch Verwertung der Asphalte als Brikkettiermittel möglich wäre. Es schien daher wichtig, bei dieser Gelegenheit die Verschlechterung der Hydrierbedingungen durch Verminderung des Wasserstoffangebotes einmal genauer zu erfassen. Zu diesem Zweck wurden folgende Versuche durchgeführt:

1. Verminderung der Gasmenge um 25 % und
2. " " " " " 65 % der normalen Gasmenge unter sonst gleichen Bedingungen.
3. Versuch durch Temperaturerhöhung um 60° die Verschlechterung insbesondere des Asphaltsbaues, auszugleichen.
4. Versuche die Hauptgasmenge nur dem Ofen auszuführen und durch die Vorheizung nur mit 35 % der Gesamtgasmenge zu fahren.

Die wichtigsten Ergebnisse dieser Versuche sind in der nachfolgenden Tabelle VI denen des Versuches mit normaler Wasserstoffmenge gegenübergestellt und in dem nachfolgenden Diagramm graphisch aufgetragen. Wie hieraus hervorgeht, liegt der Einfluß der Gasmenge in der auf Grund früherer Erfahrungen zu erwartenden Richtung. Er wirkt sich in der Hauptsache in den Asphalten aus, die mit der Zurücknahme der Gasmenge beträchtlich ansteigen. Leistung und Vergasung jedoch sind weitgehend unabhängig. Auffällig ist die Zunahme an Leichtflüchtigem in Benzin bei abnehmendem Benzin-Anteil des Ölgewinnes. Man könnte hieraus den Schluß ziehen, daß die Asphalte vorwiegend zu Höhermolekularem abgebaut werden, doch sind solche Schlüsse nur mit äußerster Vorsicht aufzunehmen. Immerhin kann man

Tabelle VI.

|                                               |                                      |        |         |         |                           |
|-----------------------------------------------|--------------------------------------|--------|---------|---------|---------------------------|
| Durchsatz (Reinkohle)                         | 0,63                                 | 0,63   | 0,63    | 0,63    | 0,63                      |
| Temperatur °C                                 | 474                                  | 474    | 474     | 480     | 474                       |
| Gasmenge m <sup>3</sup> H <sub>2</sub> /kg RK | 4,0                                  | 3,0    | 1,4     | 1,4     | (1,3: Vorh<br>2,6: Offen) |
| Absehlammrückführung<br>(Tr.-K.: Abschl.)     | 1:0,5                                | 1:0,5  | 1:0,5   | 1:0,5   | 1:0,5                     |
| Anreiböl: Art                                 | Schleuderöl aus Absehlamm + Mittelöl |        |         |         |                           |
|                                               | 100:95                               | 100:80 | 100:40  | 100:30  | 100:35                    |
| % Festes                                      | 4,5                                  | 8,0    | 8,4     | 8,4     | 10,2                      |
| % - 325 (1.Öl)                                | 59,4                                 | 58,4   | 45,5    | 42,0    | 39,9                      |
| % Asphalt                                     | 5,4                                  | 6,1    | 10,9    | 12,6    | 12,1                      |
| Abbau                                         | 94,8                                 | 93,4   | 93,9    | 94,4    | 93,6                      |
| Leistung (prakt. Ölgew.)                      | 0,41                                 | 0,40   | 0,41    | 0,41    | 0,42                      |
| Vergewinn/pr. Ölgew. + Verg.                  | 20,6                                 | 20,3   | 20,2    | 21,6    | 19,4                      |
| Im prakt. Ölgewinn:                           |                                      |        |         |         |                           |
| % - 200°                                      | 28,9                                 | 28,2   | 24,9    | 25,9    | 21,9                      |
| % 200-325°                                    | 19,6                                 | 17,7   | 36,4    | 28,7    | 33,3                      |
| % >325°                                       | 51,5                                 | 54,1   | 38,7    | 46,0    | 44,8                      |
| % Gasbensen : Gasabensen                      | 10,0                                 | 10,2   | 17,0    | 14,9    | 17,6                      |
| % Asphalt a. RK.                              | 7,8                                  | 9,7    | 15,1    | 16,9    | 13,3                      |
| % Asphalt a. Abstr.-Rückstand                 | 6,2                                  | 7,5    | 12,4    | 13,4    | 12,2                      |
| % Anreibölüberschuss                          | 10,2                                 | 22,7   | 10,6    | 21,1    | 2,1                       |
| Versuchsgruppe                                | B VIII                               | B XX   | B IX    | B IX    | B X                       |
| Stichtag-Nr.                                  | 30, 31                               | 32     | 34      | 36      | 37                        |
| Datum                                         | 22./<br>28.3.41                      | 3.4.41 | 14.4.41 | 24.4.41 | 4.5.41                    |

# Kurrentatol IV

424

## Einfluss der Gasmenge

A 7197 verarbeitete bei 4.4% - 0.63 Dampfdruck und Siedetemperatur.

Leistung % Vergasung % Siedl. Ölgehalt. % Asph. + Resin. % Abgabe % Festes + Anr. ocl

